

- d) a közös agrárpolitika keretébe tartozó, mezőgazdasági termelők részére meghatározott közvetlen támogatási rendszerek közös szabályainak megállapításáról és a mezőgazdasági termelők részére meghatározott egyes támogatási rendszerek létrehozásáról szóló 73/2009/EK tanácsi rendelet III. címében előírt egységes támogatási rendszer végrehajtására vonatkozó részletes szabályok megállapításáról szóló, 2009. október 29-i 1120/2009/EK bizottsági rendeletnek a végrehajtásához szükséges rendelkezéseket állapít meg.

39. § Hatályát veszti az Európai Mezőgazdasági Garancia Alapból finanszírozott egységes területalapú támogatás (SAPS), valamint az ahhoz kapcsolódó kiegészítő nemzeti támogatások (top up) 2010. évi igénybevitelével kapcsolatos egyes kérdésekről szóló 22/2010. (III. 16.) FVM rendelet.

Dr. Fazekas Sándor s. k.,  
vidékfejlesztési miniszter

### **A vidékfejlesztési miniszter 26/2011. (IV. 7.) VM rendelete a Magyar Élelmiszerkönyv kötelező előírásairól szóló 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelet módosításáról**

Az élelmiszerláncról és hatósági felügyeletéről szóló 2008. évi XLVI. törvény 76. §-a (2) bekezdésének 5., 26., 28. és 34. pontjában foglalt felhatalmazás alapján az egyes miniszterek, valamint a Miniszterelnökséget vezető államtitkár feladat- és hatásköréről szóló 212/2010. (VII. 1.) Korm. rendelet 94. §-ának c) pontjában foglalt feladatkörömben eljárva a következőket rendelem el:

1. § A Magyar Élelmiszerkönyv kötelező előírásairól szóló 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelet (a továbbiakban: R.) 1. §-ának (2) bekezdése a következő 28–35. ponttal egészül ki:  
[A Magyar Élelmiszerkönyv (Codex Alimentarius Hungaricus) I. kötetének az alábbi tárgyköröket szabályozó, közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásait e rendelet következő mellékleteiben adom ki:]  
„28. az etilalkohol–víz elegyek alkoholtartalmának meghatározásához szükséges táblázatról szóló 30. melléklet,  
29. a cukortermékek vizsgálati módszereiről szóló 31. melléklet,  
30. a sűrített tej és tejporfélék vizsgálatáról szóló 32. melléklet,  
31. az étolaj, az étkezési zsír, valamint ezek hozzáadásával készült élelmiszerek erukasav-tartalmának meghatározási módszeréről szóló 33. melléklet,  
32. az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről szóló 34. melléklet,  
33. az étkezési kazeinek és kazeinátok mintavételi módszereiről szóló 35. melléklet,  
34. a sűrített tej és tejporfélék mintavételi módszereiről szóló 36. melléklet,  
35. a közvetlen emberi fogyasztásra szánt, hőkezelt tej mintavételi és vizsgálati módszereiről szóló 37. melléklet.”
2. § Az R. 2. §-a a következő (5) bekezdéssel egészül ki:  
„(5) 2011. május 1-jétől tilos azon műanyagok és műanyag tárgyak gyártása, valamint 2011. július 1-jétől forgalomba hozatala és Magyarország területére történő behozatala, amelyek élelmiszerekkel rendeltetésszerűen érintkezésbe kerülnek, és nem felelnek meg e rendelet előírásainak.”
3. § (1) Az R. 3. §-ának 7. pontja helyébe a következő rendelkezés lép:  
[Ez a rendelet a következő uniós jogi aktusoknak való megfelelést szolgálja:]  
„7. a Bizottság 2008/60/EK irányelve (2008. június 17.) az élelmiszerekben használható édesítőszeres különleges tisztasági követelményeinek megállapításáról, valamint az azt módosító, a Bizottság 2010/37/EU irányelve”
- (2) Az R. 3. §-a a következő 34–42. ponttal egészül ki:  
[Ez a rendelet a következő uniós jogi aktusoknak való megfelelést szolgálja:]  
„34. a Tanács 76/766/EGK irányelve (1976. július 27.) az alkoholtáblázatokról szóló tagállami jogszabályok közelítéséről;  
35. a Bizottság 79/796/EGK első irányelve (1979. július 26.) az emberi fogyasztásra szánt egyes cukorfajták vizsgálatára szolgáló közösségi vizsgálati módszerek megállapításáról;

36. a Bizottság 79/1067/EGK első irányelve (1979. november 13.) az egyes emberi fogyasztásra szánt, részben vagy teljesen dehidratált tartós tejtermékek vizsgálatára szolgáló közösségi elemzési módszerek megállapításáról;
37. a Bizottság 80/891/EGK irányelve (1980. július 25.) a közvetlenül emberi fogyasztásra szánt olajok (étolajok) és zsírok (étkezési zsírok), valamint a hozzáadott olajokat és zsírokat tartalmazó élelmiszerek erukasav-tartalmának meghatározására vonatkozó közösségi vizsgálati módszerekről;
38. a Bizottság 85/503/EGK első irányelve (1985. október 25.) az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről;
39. a Bizottság 86/424/EGK első irányelve (1986. július 15.) az étkezési kazeinek és kazeinátok vegyi elemzéséhez szükséges közösségi mintavételi módszerek megállapításáról;
40. a Bizottság 87/524/EGK első irányelve (1987. október 6.) a tartós tejtermékek vizsgálatára szolgáló vegyi elemzéséhez szükséges közösségi mintavételi módszerek megállapításáról;
41. a Tanács 92/608/EGK határozata (1992. november 14.) a közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tej elemzési és vizsgálati módszereinek megállapításáról;
42. Bizottság 2011/8/EU irányelve (2011. január 28.) a bisfenol A csecsemőknek szánt cumisüvegekben való felhasználásának korlátozása tekintetében a 2002/72/EK irányelv módosításáról.”

- 4. §** (1) Az R. e rendelet 1–8. melléklete szerinti 30–37. melléklettel egészül ki.  
(2) Az R. 6. melléklete e rendelet 9. melléklete szerint módosul.  
(3) Az R. 29. melléklete e rendelet 10. melléklete szerint módosul.

- 5. §** (1) E rendelet hatálybalépése napján hatályát veszti:
- a) a Magyar Élelmiszerkönyv közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásairól szóló 56/2004. (IV. 24.) FVM rendelet mellékletének 46., 47., 53., 54. és 55. sora;
  - b) a Magyar Élelmiszerkönyv közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásairól szóló 56/2004. (IV. 24.) FVM rendelet mellékletének 48., 50., 51. és 52. sora, valamint a Magyar Élelmiszerkönyv közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásairól szóló 56/2004. (IV. 24.) FVM rendelet módosításáról szóló 19/2007. (III. 29.) FVM rendelet;
  - c) a Magyar Élelmiszerkönyv közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásairól szóló 56/2004. (IV. 24.) FVM rendelet mellékletének 49. sora, valamint a Magyar Élelmiszerkönyv közösségi előírások átvételét megvalósító kötelező előírásairól szóló 56/2004. (IV. 24.) FVM rendelet módosításáról szóló 79/2006. (XI. 17.) FVM rendelet Mellékletében szereplő „Étolaj, étkezési zsír, valamint ezek hozzáadásával készült élelmiszerek erukasav tartalmának meghatározási módszere” 3-1-80/891 számú előírás;
  - d) a nyers tej vizsgálatáról szóló 16/2008. (II. 15.) FVM–SZMM együttes rendelet 1. számú mellékletének 2. pontja.
- (2) 2011. május 31-én hatályát veszti az R. 4. melléklete F rész II. fejezetének „<sup>(1)</sup> Megjegyzés: kapszulás termékek esetében a kapszulára nem vonatkozik az előírás” szövegrésze, azzal hogy a rendelkezésnek megfelelő és 2011. december 31-ig forgalomba hozott termékek minőségmegőrzési idejük végéig forgalomban tarthatóak.

**6. §** Ez a rendelet a kihirdetést követő 8. napon lép hatályba.

- 7. §** Ez a rendelet a következő uniós jogi aktusoknak való megfelelést szolgálja:
- a) a Tanács 76/766/EGK irányelve (1976. július 27.) az alkoholtáblázatokról szóló tagállami jogszabályok közelítéséről;
  - b) a Bizottság 79/796/EGK első irányelve (1979. július 26.) az emberi fogyasztásra szánt egyes cukorfajták vizsgálatára szolgáló közösségi vizsgálati módszerek megállapításáról;
  - c) a Bizottság 79/1067/EGK első irányelve (1979. november 13.) az egyes emberi fogyasztásra szánt, részben vagy teljesen dehidratált tartós tejtermékek vizsgálatára szolgáló közösségi elemzési módszerek megállapításáról;
  - d) a Bizottság 80/891/EGK irányelve (1980. július 25.) a közvetlenül emberi fogyasztásra szánt olajok (étolajok) és zsírok (étkezési zsírok), valamint a hozzáadott olajokat és zsírokat tartalmazó élelmiszerek erukasav-tartalmának meghatározására vonatkozó közösségi vizsgálati módszerekről;
  - e) a Bizottság 85/503/EGK első irányelve (1985. október 25.) az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről;
  - f) a Bizottság 86/424/EGK első irányelve (1986. július 15.) az étkezési kazeinek és kazeinátok vegyi elemzéséhez szükséges közösségi mintavételi módszerek megállapításáról;

- g) a Bizottság 87/524/EGK első irányelve (1987. október 6.) a tartós tejtermékek vizsgálatára szolgáló vegyi elemzéséhez szükséges közösségi mintavételi módszerek megállapításáról;
- h) a Tanács 92/608/EGK határozata (1992. november 14.) a közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tej elemzési és vizsgálati módszereinek megállapításáról;
- i) a Bizottság 1664/2006/EK rendelete (2006. november 6.) a 2074/2005/EK rendeletnek az emberi fogyasztásra szánt egyes állati eredetű termékekre vonatkozó intézkedések végrehajtása és bizonyos végrehajtási intézkedések hatályon kívül helyezése tekintetében történő módosításáról;
- j) a Bizottság 2006/765/EK határozata (2006. november 6.) az emberi fogyasztásra szánt egyes állati eredetű termékek előállítására és forgalomba hozatalára vonatkozó közegészségügyi szabályok és az ételízesítő-higiéniára vonatkozó egyes végrehajtási intézkedések hatályon kívül helyezéséről;
- k) a Bizottság 2010/37/EU irányelve (2010. június 17.) az édesítőszeres különleges tisztasági követelményeinek megállapításairól szóló 2008/60/EK irányelv módosításáról;
- l) a Bizottság 2011/8/EU számú irányelve (2011. január 28.) a biszfenol A csecsemőknek szánt cumisüvegekben való felhasználásának korlátozása tekintetében a 2002/72/EK irányelv módosításáról.

Dr. Fazekas Sándor s. k.,  
vidékfejlesztési miniszter

1. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

„30. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-76/766 számú előírása az etilalkohol–víz elegyek alkoholtartalmának meghatározásához szükséges táblázatról

Az etilalkohol–víz elegyek térfogatszázalékban és tömegszázalékban kifejezett alkoholtartalmát a következők szerint kell meghatározni.

#### 1. Fogalmak

Az etilalkohol–víz elegyek alkoholtartalma térfogatszázalékban kifejezve: a 20 °C hőmérsékletű elegyben lévő tiszta etilalkohol térfogatának aránya az azonos hőmérsékletű elegy teljes térfogatához viszonyítva.

Az etilalkohol–víz elegyek alkoholtartalma tömegszázalékban kifejezve: az elegyben lévő tiszta etilalkohol tömegének aránya az elegy teljes tömegéhez viszonyítva.

#### 2. Az alkoholtartalom kifejezése

Az alkoholtartalmat az elegyben lévő alkoholmennyiség százalékos arányával fejezzük ki.

A vonatkozó jelölések a következők:

„% V/V” – térfogatszázalék,

„% m/m” – tömegszázalék.

#### 3. Az alkoholtartalom meghatározása

A meghatározást a következőképpen végezzük:

- a foklón vagy a sűrűségmérőn leolvassuk a mért értéket az elegy adott hőmérsékletén;
- meghatározzuk az elegy hőmérsékletét.

Az eredményt a nemzetközi alkoholtáblázatból állapítjuk meg.

#### 4. Az etilalkohol–víz elegy nemzetközi alkoholtáblázat értékeinek számítási módszere

A „t” (°C) hőmérsékletű etilalkohol–víz elegy  $\rho$  (kg/m<sup>3</sup>) sűrűsége a

- „p” az elegy tömegaránya tizedes számban kifejezve (pl. 12% esetén p = 0,12), a
- „t” az elegy hőmérséklete (°C), valamint
- az alább megadott állandók függvényében a következő képlettel határozható meg.

A képlet a – 20 ... + 40 °C hőmérséklettartományban érvényes.

$$\rho = A_1 + \sum_{k=2}^{12} A_k \cdot p^{k-1} + \sum_{k=1}^6 B_k (t - 20 \text{ °C})^k + \sum_{i=1}^n \sum_{k=1}^{m_i} C_{i,k} \cdot p^k (t - 20 \text{ °C})^i$$

ahol:

$$\begin{aligned} n &= 5; \\ m_1 &= 11; \\ m_2 &= 10; \\ m_3 &= 9; \\ m_4 &= 4; \\ m_5 &= 2. \end{aligned}$$

A képletben alkalmazott állandók:

k	$A_k$ kg/m <sup>3</sup>	$B_k$ kg/(m <sup>3</sup> · °C)
1	9,982 012 300 · 10 <sup>2</sup>	- 2,061 851 3 · 10 <sup>-1</sup>
2	- 1,929 769 495 · 10 <sup>2</sup>	- 5,268 254 2 · 10 <sup>-3</sup>
3	3,891 238 958 · 10 <sup>2</sup>	3,613 001 3 · 10 <sup>-5</sup>
4	- 1,668 103 923 · 10 <sup>3</sup>	- 3,895 770 2 · 10 <sup>-7</sup>
5	1,352 215 441 · 10 <sup>4</sup>	7,169 354 0 · 10 <sup>-9</sup>
6	- 8,829 278 388 · 10 <sup>4</sup>	- 9,973 923 1 · 10 <sup>-11</sup>
7	3,062 874 042 · 10 <sup>5</sup>	
8	- 6,138 381 234 · 10 <sup>5</sup>	
9	7,470 172 998 · 10 <sup>5</sup>	
10	- 5,478 461 354 · 10 <sup>5</sup>	
11	2,234 460 334 · 10 <sup>5</sup>	
12	- 3,903 285 426 · 10 <sup>4</sup>	

k	$C_{1,k}$ kg/(m <sup>3</sup> · °C)	$C_{2,k}$ kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>2</sup> )
1	1,693 443 461 530 087 · 10 <sup>-1</sup>	- 1,193 013 005 057 010 · 10 <sup>-2</sup>
2	- 1,046 914 743 455 169 · 10 <sup>1</sup>	2,517 399 633 803 461 · 10 <sup>-1</sup>
3	7,196 353 469 546 523 · 10 <sup>1</sup>	- 2,170 575 700 536 993
4	- 7,047 478 054 272 792 · 10 <sup>2</sup>	1,353 034 988 843 029 · 10 <sup>1</sup>
5	3,924 090 430 035 045 · 10 <sup>3</sup>	- 5,029 988 758 547 014 · 10 <sup>1</sup>
6	- 1,210 164 659 068 747 · 10 <sup>4</sup>	1,096 355 666 577 570 · 10 <sup>2</sup>
7	2,248 646 550 400 788 · 10 <sup>4</sup>	- 1,422 753 946 421 155 · 10 <sup>2</sup>
8	- 2,605 562 982 188 164 · 10 <sup>4</sup>	1,080 435 942 856 230 · 10 <sup>2</sup>
9	1,852 373 922 069 467 · 10 <sup>4</sup>	- 4,414 153 236 817 392 · 10 <sup>1</sup>
10	- 7,420 201 433 430 137 · 10 <sup>3</sup>	7,442 971 530 188 783
11	1,285 617 841 998 974 · 10 <sup>3</sup>	

k	$C_{3,k}$ kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>3</sup> )	$C_{4,k}$ kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>4</sup> )
1	- 6,802 995 733 503 803 · 10 <sup>-4</sup>	4,075 376 675 622 027 · 10 <sup>-6</sup>
2	1,876 837 790 289 664 · 10 <sup>-2</sup>	- 8,763 058 573 471 110 · 10 <sup>-6</sup>
3	- 2,002 561 813 734 156 · 10 <sup>-1</sup>	6,515 031 360 099 368 · 10 <sup>-6</sup>
4	1,022 992 966 719 220	- 1,515 784 836 987 210 · 10 <sup>-6</sup>
5	- 2,895 696 483 903 638	
6	4,810 060 584 300 675	
7	- 4,672 147 440 794 683	
8	2,458 043 105 903 461	
9	- 5,411 227 621 436 812 · 10 <sup>-1</sup>	

k	$C_{5,k}$ kg/(m <sup>3</sup> · °C <sup>5</sup> )
1	- 2,788 074 354 782 409 · 10 <sup>-8</sup>
2	1,345 612 883 493 354 · 10 <sup>-8</sup>

2. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

„31. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-79/796 számú előírása a cukortermékek vizsgálati módszereiről**

#### **A rész**

1. A B részben megadott összetevők meghatározását a C részben leírt módszerekkel kell végezni.
2. A Luff-Schoorl módszer alkalmazható a következő cukrok redukálóanyag-tartalmának meghatározására:
  - cukoroldat
  - fehér cukoroldat
  - invertcukoroldat
  - fehér invertcukoroldat
  - invertcukorszirup
  - glükózsirup
  - szárított glükózsirup
  - dextróz monohidrát
  - vízmentes dextrózEzeknek a cukroknak a vizsgálatára a Lane-Eynon módszer is engedélyezett.

#### **B rész**

##### **A vizsgálati módszerek alkalmazási területe**

- I. Szárítási tömegvesztés meghatározása:
  - félféher cukor (C rész 1. módszer szerint)
  - cukor vagy fehér cukor (C rész 1. módszer szerint)
  - finomított fehér cukor (C rész 1. módszer szerint)
- II. Szárazanyagtartalom meghatározása:
  - II.1.
    - glükózsirup (C rész 2. módszer szerint)
    - szárított glükózsirup (C rész 2. módszer szerint)
    - dextróz monohidrát (C rész 2. módszer szerint)
    - vízmentes dextróz (C rész 2. módszer szerint)
  - II.2.
    - cukoroldat vagy fehér cukoroldat (C rész 3. módszer szerint)
    - invertcukoroldat vagy fehér invertcukoroldat (C rész 3. módszer szerint)
    - invertcukorszirup vagy fehér invertcukorszirup (C rész 3. módszer szerint)
- III. Redukálócukrok meghatározása:
  - III.1.
    - félféher cukor (C rész 4. módszer szerint)
  - III.2.
    - cukor vagy fehér cukor (C rész 5. módszer szerint)
    - finomított fehér cukor (C rész 5. módszer szerint)
  - III.3.
    - cukoroldat vagy fehér cukoroldat (C rész 6. vagy 7. módszer szerint)
    - invertcukoroldat vagy fehér invertcukoroldat (C rész 6. vagy 7. módszer szerint)
    - invertcukorszirup vagy fehér invertcukorszirup (C rész 6. vagy 7. módszer szerint)
  - III.4.
    - glükózsirup (C rész 6. vagy 8. módszer szerint)
    - szárított glükózsirup (C rész 6. vagy 8. módszer szerint)
    - dextróz monohidrát (C rész 6. vagy 8. módszer szerint)
    - vízmentes dextróz (C rész 6. vagy 8. módszer szerint)

- IV. Szulfáthamu meghatározása:
- glükózsirup (C rész 9. módszer szerint)
  - szárított glükózsirup (C rész 9. módszer szerint)
  - dextróz monohidrát (C rész 9. módszer szerint)
  - vízmentes dextróz (C rész 9. módszer szerint)
- V. Polarizáció meghatározása:
- félfehér cukor (C rész 10. módszer szerint)
  - cukor vagy fehér cukor (C rész 10. módszer szerint)
  - finomított fehér cukor (C rész 10. módszer szerint)

## C rész

### Vizsgálati módszerek

#### Általános előírások

1. A minta előkészítése a vizsgálathoz  
A laboratóriumba beérkezett mintát gondosan összekeverjük. Ebből legalább 200 g mintát veszünk ki, amit tiszta, száraz, légmentesen zárható porüvegbe töltünk.
2. Eszközök és vegyszerek  
Az eszközök leírásánál csak a speciális műszereket és eszközöket adjuk meg. A felhasznált víz desztillált vagy ioncserélt vagy legalább azzal egyenértékű tisztaságú legyen. A vizsgálatok elvégzésekor – ha más előírás nincs – a felhasznált vegyszerek analitikai tisztaságúak legyenek. Az oldószer megadása nélkül említett reagensoldatok vizes oldatokat jelentenek.
3. Az eredmények kiszámítása  
A hivatalos vizsgálat jegyzőkönyvében eredményként legalább két párhuzamos meghatározás középértékét adjuk meg. Ha más előírás nincs, az eredményeket az eredeti laboratóriumi minta tömegszázalékában fejezzük ki. Az eredményeket annyi tizedesjegyre adjuk meg, amennyit a módszer pontossága lehetővé tesz.

## 1. MÓDSZER

### Szárítási tömegvesztés meghatározása

1. Alkalmazási terület  
A módszerrel szárítási tömegvesztést határozzunk meg:
  - félfehér cukorban
  - cukorban vagy fehér cukorban
  - finomított fehér cukorban
2. Fogalom meghatározás  
„Szárítási tömegvesztés”: a szárítási tömegvesztés mért értéke, a következőkben leírt módszerrel meghatározva.
3. A módszer elve  
103 ± 2 °C hőmérsékleten történő szárításnál meghatározzuk a tömegvesztésget.
4. Eszközök
  - 4.1. Analitikai mérleg, legalább 0,1 mg pontosságú.
  - 4.2. Szárítószekrény, 103 ± 2 °C hőmérsékletű, megfelelő szellőzéssel és hőmérséklet-szabályozással ellátva.
  - 4.3. Bemérőedény fémből, amely a mintának és a vizsgálati körülményeknek ellenáll, jól záródó lapos fedéllel, legalább 100 mm átmérővel és legalább 30 mm magassággal.
  - 4.4. Exszikkátor, amely frissen aktivált szilikagél vagy azzal egyenértékű nedvességmegkötő anyagot tartalmaz, víztartalom indikátorral.
  5. A vizsgálat módja  
Az 5.3–5.7. pontban leírt műveleteket a mintát tartalmazó edények megnyitása után azonnal végre kell hajtani.
  - 5.1. A bemérőedényt (4.3.) szárítószekrényben (4.2.) 103 ± 2 °C-on tömegállandóságig szárítjuk.
  - 5.2. Exszikkátorban (4.4.) hagyjuk lehűlni a bemérőedényt (legalább 30–35 percig) és megmérjük a tömegét 0,1 mg pontossággal.
  - 5.3. Ezután a bemérőedénybe (4.3.) kb. 20–30 g mintát mérünk be, 0,1 mg pontossággal.
  - 5.4. A bemérőedényt a mintával 103 ± 2 °C-on 3 órán át szárítószekrényben (4.2.) szárítjuk.
  - 5.5. Lehűtjük a bemérőedényt az exszikkátorban (4.4.) és tömegét 0,1 mg pontossággal megmérjük.

5.6. A bemérőedényt 30 percre újra a  $103 \pm 2$  °C-os szárítószekrénybe helyezzük. Ezután az exsikkátorban (4.4.) lehűtjük és 0,1 mg pontossággal megmérjük. A műveletet meg kell ismételni, ha a két egymást követő mérés eredménye között az eltérés több, mint 1 mg. Ha tömegnövekedést észlelünk, a számításban a legalacsonyabb mért értéket kell figyelembe venni.

5.7. A teljes szárítási idő nem haladhatja meg a 4 órát.

6. Az eredmények kiszámítása

A szárítási tömegvesztéséget – a minta tömegszázalékában – következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{Tömegvesztés \%} = \frac{m_0 - m_1}{m_0} \cdot 100$$

ahol:

$m_0$  = a vizsgált minta szárítás előtti tömege, g-ban

$m_1$  = a vizsgált minta szárítás utáni tömege, g-ban

7. Ismételtetés

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,02 g/100 g minta lehet.

## 2. MÓDSZER

### Szárazanyagtartalom meghatározása

(Vákuum-szárítószekrényes módszer)

1. Alkalmazási terület

A módszerrel szárazanyagtartalmat határozzunk meg:

- glükózsirupban
- szárított glükózsirupban
- dextróz monohidráttal
- vízmentes dextróztal.

2. Fogalom meghatározás

„Szárazanyagtartalom”: a bemért minta szárazanyagtartalma, a következőkben részletezett módszerrel meghatározva

3. A módszer elve

$70 \pm 1$  °C hőmérsékleten vákuum-szárítószekrényben (3,3 kPa/34 mbar) határozzuk meg a szárazanyagot. A glükózsirup vagy szárított glükózsirup esetén a vizsgálandó mintákat szárítás előtt előkészítjük, vízzel és kovafölddel elkeverjük.

4. Vegyszerek

4.1. Kovaföld: Helyezzük Büchner-tölcsérbe és tisztítsuk hígított sósavval, többszöri átmosással (1 cm<sup>3</sup> koncentrált sav, sűrűsége 20 °C-on = 1,19 g/cm<sup>3</sup>, 1 liter vízben). A kezelést akkor tekintjük befejezettnek, amikor a mosóoldat határozottan savas marad. Ezután vízzel mossuk, amíg az átszűrt víz pH értéke 4-nél nagyobb nem lesz. Szárítószekrényben  $103 \pm 2$  °C-on szárítjuk, és légmentesen záródó edényben tároljuk.

5. Eszközök

- 5.1. Vákuum-szárítószekrény, szivárgásmentes, hőmérséklet-szabályozóval, hőmérővel és vákuummérővel felszerelve. A szárítószekrény olyan felépítésű legyen, hogy a hó gyorsan átjárja a polcokra helyezett bemérőedényeket.
- 5.2. Levegőszárító oszlop, amely egy víztartalom-indikátorral ellátott, frissen aktivált száraz szilikagéllal vagy egyenértékű szárító hatású anyaggal töltött üveg szűrőoszlopból áll. A szűrőoszlophoz koncentrált kénsavat tartalmazó gáztisztító berendezés csatlakozik, amelyen a szárítószekrénybe bemenő levegő átáramlik.
- 5.3. Vákuumszivattyú, amely 3,3 kPa (34 mbar) vagy annál kisebb nyomást biztosít a szárítószekrényben.
- 5.4. Fém bemérőedény, amely a mintának és a vizsgálat körülményeinek ellenáll, lapos fedővel, legalább 100 mm átmérővel, 30 mm magassággal.
- 5.5. Üvegbot, olyan hosszúságú, amely nem esik a bemérőedénybe.
- 5.6. Exsikkátor, amely frissen aktivált szilikagélt vagy azzal egyenértékű szárító hatású anyagot tartalmaz, víztartalom-indikátorral.
- 5.7. Analitikai mérleg, legalább 0,1 mg pontossággal.



6. A vizsgálat módja
- 6.1. Körülbelül 30 g kovaföldet (4.1.) helyezünk az üvegbottal (5.5.) ellátott bemérőedénybe (5.4.). Az egészet  $70 \pm 1$  °C-os szárítószekrénybe (5.1.) tesszük, és a nyomást 3,3 kPa (34 mbar) vagy annál kisebb értékig csökkentjük. Legalább 5 óráig szárítjuk, mialatt a szárítóoszlopon keresztül lassú levegőáramlást biztosítunk a szárítószekrényben. A nyomást időnként ellenőrizzük és korrigáljuk, ha szükséges.
- 6.2. Óvatosan növeljük a száraz levegő mennyiségét a külső légnyomás értékéig. Ekkor a bemérőedényt – az üvegbottal együtt – az exszikkátorba (5.6.) helyezük. Lehűlés után megmérjük.
- 6.3. Gondosan bemérünk – 1 mg pontossággal – kb. 10 g vizsgálandó mintát egy 100 cm<sup>3</sup>-es főzőpohárba.
- 6.4. 10 cm<sup>3</sup> meleg vízzel hígítjuk a mintát, és átmoszuk az egész mennyiséget az üvegbot segítségével a bemérőedénybe.
- 6.5. A vizsgálati mintát tartalmazó bemérőedényt az üvegbottal együtt helyezük a szárítószekrénybe, és csökkentjük a nyomást 3,3 kPa (34 mbar)-ig vagy annál kisebbre. Szárítsuk  $70 \pm 1$  °C-on, a száraz levegő lassú áramlását biztosítva a szárítószekrényen keresztül. A szárítási műveletet 20 órán át kell folytatni. A vákuumszivattyút egész éjszaka üzemeltetni kell, hogy a kb. 3,3 kPa (34 mbar) nyomást biztosítsuk, és a száraz levegő lassú áramlással keringjen.
- 6.6. Óvatosan növeljük a száraz levegő mennyiségét a külső légnyomás értékéig. Ezután a bemérőedényt tartalmával együtt gyorsan exszikkátorba helyezük. Lehűtjük és megmérjük 1 mg pontossággal.
- 6.7. A 6.5. műveletet ismételjük további 4 órán át. Majd újra visszaállítjuk a légnyomást a szárítószekrényben, a bemérőedényt azonnal exszikkátorba téve lehűlni hagyjuk és megmérjük. A szárítást tömegállandóságig folytatjuk. Ez azt jelenti, hogy az azonos bemérőedény két egymást követő mérésénél a különbség nem haladhatja meg a 2 mg-ot. Ha a különbség nagyobb, a 6.7. műveletet meg kell ismételni.
- 6.8. A vízmentes dextróz vagy dextróz monohidrát szárazanyagtartalmának meghatározásánál a kovaföld és a víz használata nem szükséges.
7. Az eredmények kiszámítása  
A szárazanyagtartalmat – a minta tömegszázalékában – a következő képlettel számítjuk ki:

$$\text{Száranyagtartalom \%} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100$$

ahol

$m_0$  = a vizsgált minta kezdeti tömege, g-ban

$m_1$  = a bemérőedény tömege kovafölddel, üvegbottal és a vizsgált minta maradékával szárítás után, g-ban

$m_2$  = a bemérőedény, kovaföld és üvegbot tömege, g-ban

#### 8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,12 g/100 g minta lehet.

### 3. MÓDSZER

#### Szárazanyagtartalom meghatározása

(Refraktometriás módszer)

##### 1. Alkalmazási terület

A módszerrel szárazanyagtartalmat határozzunk meg:

- cukoroldatban vagy fehér cukoroldatban
- invertcukoroldatban vagy fehér invertcukoroldatban
- invertcukorszirupban vagy fehér invertcukorszirupban

##### 2. Fogalom meghatározás

„Száranyagtartalom”: a minta szárazanyagtartalma a következőkben részletezett módszerrel meghatározva.

##### 3. A módszer elve

Meghatározzuk a vizsgált minta törésmutatóját 20 °C hőmérsékleten, és átszámítjuk szárazanyagtartalomra a táblázat segítségével, ami a törésmutató és szacharóztartalom közötti összefüggést adja meg.

##### 4. Eszközök

- 4.1. Refraktométer, amellyel a törésmutató értéke négy tizedes pontossággal olvasható le, hőmérővel és vízkeringtető szivattyúval,  $20 \pm 0,5$  °C-ra beállított termosztáttal.
- 4.2. Fényforrás (Nátriumgőz lámpa)



5. A vizsgálat módja
- 5.1. Ha a minta kristályokat tartalmaz, oldjuk azokat 1:1 (m/m) arányú hígítással.
- 5.2. Olvassuk le a minta törésmutatóját 20 °C-on refraktométeren.
6. Az eredmények kiszámítása
- 6.1. A szárazanyagtartalmat a szacharózoldatok 20 °C-ra megadott törésmutatóiból állapítjuk meg (lásd: a táblázatban), és az invertcukortartalomtól függően korrigáljuk úgy, hogy a táblázatból kapott eredményhez minden 1% invertcukor esetén hozzáadunk 0,022 értéket.
- 6.2. Az 1:1 (m/m) arányú hígítás esetén a kapott értéket 2-vel szorzunk.
7. Ismételhetőség
- Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség 100 g mintára vonatkoztatva 0,2 g-nál nagyobb nem lehet.

Törésmutató-cukortartalom táblázat 20 °C-on

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3330	0,009	1,3380	3,463
1,3331	0,078	1,3381	3,532
1,3332	0,149	1,3382	3,600
1,3333	0,218	1,3383	3,668
1,3334	0,288	1,3384	3,736
1,3335	0,358	1,3385	3,804
1,3336	0,428	1,3386	3,872
1,3337	0,498	1,3387	3,940
1,3338	0,567	1,3388	4,008
1,3339	0,637	1,3389	4,076
1,3340	0,707	1,3390	4,144
1,3341	0,776	1,3391	4,212
1,3342	0,846	1,3392	4,279
1,3343	0,915	1,3393	4,347
1,3344	0,985	1,3394	4,415
1,3345	1,054	1,3395	4,483
1,3346	1,124	1,3396	4,550
1,3347	1,193	1,3397	4,618
1,3348	1,263	1,3398	4,686
1,3349	1,332	1,3399	4,753
1,3350	1,401	1,3400	4,821
1,3351	1,470	1,3401	4,888
1,3352	1,540	1,3402	4,956
1,3353	1,609	1,3403	5,023
1,3354	1,678	1,3404	5,091
1,3355	1,747	1,3405	5,158
1,3356	1,816	1,3406	5,225
1,3357	1,885	1,3407	5,293
1,3358	1,954	1,3408	5,360
1,3359	2,023	1,3409	5,427
1,3360	2,092	1,3410	5,494
1,3361	2,161	1,3411	5,562
1,3362	2,230	1,3412	5,629
1,3363	2,299	1,3413	5,696
1,3364	2,367	1,3414	5,763
1,3365	2,436	1,3415	5,830
1,3366	2,505	1,3416	5,897
1,3367	2,574	1,3417	5,964
1,3368	2,642	1,3418	6,031

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3369	2,711	1,3419	6,098
1,3370	2,779	1,3420	6,165
1,3371	2,848	1,3421	6,231
1,3372	2,917	1,3422	6,298
1,3373	2,985	1,3423	6,365
1,3374	3,053	1,3424	6,432
1,3375	3,122	1,3425	6,498
1,3376	3,190	1,3426	6,565
1,3377	3,259	1,3427	6,632
1,3378	3,327	1,3428	6,698
1,3379	3,395	1,3429	6,765
		1,3430	6,831
1,3431	6,898	1,3485	10,440
1,3432	6,964	1,3486	10,505
1,3433	7,031	1,3487	10,570
1,3434	7,097	1,3488	10,634
1,3435	7,164	1,3489	10,699
1,3436	7,230	1,3490	10,763
1,3437	7,296	1,3491	10,828
1,3438	7,362	1,3492	10,892
1,3439	7,429	1,3493	10,957
1,3440	7,495	1,3494	11,021
1,3441	7,561	1,3495	11,086
1,3442	7,627	1,3496	11,150
1,3443	7,693	1,3497	11,215
1,3444	7,759	1,3498	11,279
1,3445	7,825	1,3499	11,343
1,3446	7,891	1,3500	11,407
1,3447	7,957	1,3501	11,472
1,3448	8,023	1,3502	11,536
1,3449	8,089	1,3503	11,600
1,3450	8,155	1,3504	11,664
1,3451	8,221	1,3505	11,728
1,3452	8,287	1,3506	11,792
1,3453	8,352	1,3507	11,856
1,3454	8,418	1,3508	11,920
1,3455	8,484	1,3509	11,984
1,3456	8,550	1,3510	12,048
1,3457	8,615	1,3511	12,112
1,3458	8,681	1,3512	12,176
1,3459	8,746	1,3513	12,240
1,3460	8,812	1,3514	12,304
1,3461	8,878	1,3515	12,368
1,3462	8,943	1,3516	12,431
1,3463	9,008	1,3517	12,495
1,3464	9,074	1,3518	12,559
1,3465	9,139	1,3519	12,623
1,3466	9,205	1,3520	12,686
1,3467	9,270	1,3521	12,750
1,3468	9,335	1,3522	12,813
1,3469	9,400	1,3523	12,877
1,3470	9,466	1,3524	12,940
1,3471	9,531	1,3525	13,004

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3472	9,596	1,3526	13,067
1,3473	9,661	1,3527	13,131
1,3474	9,726	1,3528	13,194
1,3475	9,791	1,3529	13,258
1,3476	9,856	1,3530	13,321
1,3477	9,921	1,3531	13,384
1,3478	9,986	1,3532	13,448
1,3479	10,051	1,3533	13,511
1,3480	10,116	1,3534	13,574
1,3481	10,181	1,3535	13,637
1,3482	10,246	1,3536	13,700
1,3483	10,311	1,3537	13,763
1,3484	10,375	1,3538	13,826
1,3539	13,890	1,3592	17,189
1,3540	13,953	1,3593	17,250
1,3541	14,016	1,3594	17,311
1,3542	14,079	1,3595	17,373
1,3543	14,141	1,3596	17,434
1,3544	14,204	1,3597	17,496
1,3545	14,267	1,3598	17,557
1,3546	14,330	1,3599	17,618
1,3547	14,393	1,3600	17,679
1,3548	14,456	1,3601	17,741
1,3549	14,518	1,3602	17,802
1,3550	14,581	1,3603	17,863
1,3551	14,644	1,3604	17,924
1,3552	14,707	1,3605	17,985
1,3553	14,769	1,3606	18,046
1,3554	14,832	1,3607	18,107
1,3555	14,894	1,3608	18,168
1,3556	14,957	1,3609	18,229
1,3557	15,019	1,3610	18,290
1,3558	15,082	1,3611	18,351
1,3559	15,144	1,3612	18,412
1,3560	15,207	1,3613	18,473
1,3561	15,269	1,3614	18,534
1,3562	15,332	1,3615	18,595
1,3563	15,394	1,3616	18,655
1,3564	15,456	1,3617	18,716
1,3565	15,518	1,3618	18,777
1,3566	15,581	1,3619	18,837
1,3567	15,643	1,3620	18,898
1,3568	15,705	1,3621	18,959
1,3569	15,767	1,3622	19,019
1,3570	15,829	1,3623	19,080
1,3571	15,891	1,3624	19,141
1,3572	15,953	1,3625	19,201
1,3573	16,016	1,3626	19,262
1,3574	16,078	1,3627	19,322
1,3575	16,140	1,3628	19,382
1,3576	16,201	1,3629	19,443
1,3577	16,263	1,3630	19,503
1,3578	16,325	1,3631	19,564

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3579	16,387	1,3632	19,624
1,3580	16,449	1,3633	19,684
1,3581	16,511	1,3634	19,745
1,3582	16,573	1,3635	19,805
1,3583	16,634	1,3636	19,865
1,3584	16,696	1,3637	19,925
1,3585	16,758	1,3638	19,985
1,3586	16,819	1,3639	20,045
1,3587	16,881	1,3640	20,106
1,3588	16,943	1,3641	20,166
1,3589	17,004	1,3642	20,226
1,3590	17,066	1,3643	20,286
1,3591	17,127	1,3644	20,346
1,3645	20,406	1,3699	23,603
1,3646	20,466	1,3700	23,661
1,3647	20,525	1,3701	23,720
1,3648	20,585	1,3702	23,778
1,3649	20,645	1,3703	23,836
1,3650	20,705	1,3704	23,895
1,3651	20,765	1,3705	23,953
1,3652	20,825	1,3706	24,011
1,3653	20,884	1,3707	24,070
1,3654	20,944	1,3708	24,128
1,3655	21,004	1,3709	24,186
1,3656	21,063	1,3710	24,244
1,3657	21,123	1,3711	24,302
1,3658	21,183	1,3712	24,361
1,3659	21,242	1,3713	24,419
1,3660	21,302	1,3714	24,477
1,3661	21,361	1,3715	24,535
1,3662	21,421	1,3716	24,593
1,3663	21,480	1,3717	24,651
1,3664	21,540	1,3718	24,709
1,3665	21,599	1,3719	24,767
1,3666	21,658	1,3720	24,825
1,3667	21,718	1,3721	24,883
1,3668	21,777	1,3722	24,941
1,3669	21,836	1,3723	24,998
1,3670	21,896	1,3724	25,056
1,3671	21,955	1,3725	25,114
1,3672	22,014	1,3726	25,172
1,3673	22,073	1,3727	25,230
1,3674	22,132	1,3728	25,287
1,3675	22,192	1,3729	25,345
1,3676	22,251	1,3730	25,403
1,3677	22,310	1,3731	25,460
1,3678	22,369	1,3732	25,518
1,3679	22,428	1,3733	25,576
1,3680	22,487	1,3734	25,633
1,3681	22,546	1,3735	25,691
1,3682	22,605	1,3736	25,748
1,3683	22,664	1,3737	25,806
1,3684	22,723	1,3738	25,863

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3685	22,781	1,3739	25,921
1,3686	22,840	1,3740	25,978
1,3687	22,899	1,3741	26,035
1,3688	22,958	1,3742	26,093
1,3689	23,017	1,3743	26,150
1,3690	23,075	1,3744	26,207
1,3691	23,134	1,3745	26,265
1,3692	23,193	1,3746	26,322
1,3693	23,251	1,3747	26,379
1,3694	23,310	1,3748	26,436
1,3695	23,369	1,3749	26,493
1,3696	23,427	1,3750	26,551
1,3697	23,486	1,3751	26,608
1,3698	23,544	1,3752	26,665
1,3753	26,722	1,3807	29,767
1,3754	26,779	1,3808	29,823
1,3755	26,836	1,3809	29,878
1,3756	26,893	1,3810	29,934
1,3757	26,950	1,3811	29,989
1,3758	27,007	1,3812	30,045
1,3759	27,064	1,3813	30,101
1,3760	27,121	1,3814	30,156
1,3761	27,178	1,3815	30,212
1,3762	27,234	1,3816	30,267
1,3763	27,291	1,3817	30,323
1,3764	27,348	1,3818	30,378
1,3765	27,405	1,3819	30,434
1,3766	27,462	1,3820	30,489
1,3767	27,518	1,3821	30,544
1,3768	27,575	1,3822	30,600
1,3769	27,632	1,3823	30,655
1,3770	27,688	1,3824	30,711
1,3771	27,745	1,3825	30,766
1,3772	27,802	1,3826	30,821
1,3773	27,858	1,3827	30,876
1,3774	27,915	1,3828	30,932
1,3775	27,971	1,3829	30,987
1,3776	28,028	1,3830	31,042
1,3777	28,084	1,3831	31,097
1,3778	28,141	1,3832	31,152
1,3779	28,197	1,3833	31,207
1,3780	28,253	1,3834	31,262
1,3781	28,310	1,3835	31,317
1,3782	28,366	1,3836	31,372
1,3783	28,422	1,3837	31,428
1,3784	28,479	1,3838	31,482
1,3785	28,535	1,3839	31,537
1,3786	28,591	1,3840	31,592
1,3787	28,648	1,3841	31,647
1,3788	28,704	1,3842	31,702
1,3789	28,760	1,3843	31,757
1,3790	28,816	1,3844	31,812
1,3791	28,872	1,3845	31,867

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3792	28,928	1,3846	31,922
1,3793	28,984	1,3847	31,976
1,3794	29,040	1,3848	32,031
1,3795	29,096	1,3849	32,086
1,3796	29,152	1,3850	32,140
1,3797	29,208	1,3851	32,195
1,3798	29,264	1,3852	32,250
1,3799	29,320	1,3853	32,304
1,3800	29,376	1,3854	32,359
1,3801	29,432	1,3855	32,414
1,3802	29,488	1,3856	32,466
1,3803	29,544	1,3857	32,528
1,3804	29,600	1,3858	32,577
1,3805	29,655	1,3859	32,632
1,3806	29,711	1,3860	32,686
1,3861	32,741	1,3915	35,647
1,3862	32,795	1,3916	35,700
1,3863	32,849	1,3917	35,753
1,3864	32,904	1,3918	35,806
1,3865	32,958	1,3919	35,859
1,3866	33,013	1,3920	35,912
1,3867	33,067	1,3921	35,966
1,3868	33,121	1,3922	36,019
1,3869	33,175	1,3923	36,072
1,3870	33,230	1,3924	36,125
1,3871	33,284	1,3925	36,178
1,3872	33,338	1,3926	36,231
1,3873	33,392	1,3927	36,284
1,3874	33,446	1,3928	36,337
1,3875	33,500	1,3929	36,389
1,3876	33,555	1,3930	36,442
1,3877	33,609	1,3931	36,495
1,3878	33,668	1,3932	36,548
1,3879	33,717	1,3933	36,601
1,3880	33,771	1,3934	36,654
1,3881	33,825	1,3935	36,706
1,3882	33,879	1,3936	36,759
1,3883	33,933	1,3937	36,812
1,3884	33,987	1,3938	36,865
1,3885	34,040	1,3939	36,917
1,3886	34,094	1,3940	36,970
1,3887	34,148	1,3941	37,023
1,3888	34,202	1,3942	37,075
1,3889	34,256	1,3943	37,128
1,3890	34,310	1,3944	37,180
1,3891	34,363	1,3945	37,233
1,3892	34,417	1,3946	37,286
1,3893	34,471	1,3947	37,338
1,3894	34,524	1,3948	37,391
1,3895	34,578	1,3949	37,443
1,3896	34,632	1,3950	37,495
1,3897	34,685	1,3951	37,548
1,3898	34,739	1,3952	37,600

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,3899	34,793	1,3953	37,653
1,3900	34,845	1,3954	37,705
1,3901	34,900	1,3955	37,757
1,3902	34,953	1,3956	37,810
1,3903	35,007	1,3957	37,862
1,3904	35,060	1,3958	37,914
1,3905	35,114	1,3959	37,967
1,3906	35,167	1,3960	38,019
1,3907	35,220	1,3961	38,071
1,3908	35,274	1,3962	38,123
1,3909	35,327	1,3963	38,175
1,3910	35,380	1,3964	38,228
1,3911	35,434	1,3965	38,280
1,3912	35,487	1,3966	38,332
1,3913	35,540	1,3967	38,384
1,3914	35,593	1,3968	38,436
1,3969	38,488	1,4023	41,268
1,3970	38,540	1,4024	41,318
1,3971	38,592	1,4025	41,369
1,3972	38,644	1,4026	41,420
1,3973	38,696	1,4027	41,471
1,3974	38,748	1,4028	41,522
1,3975	38,800	1,4029	41,573
1,3976	38,852	1,4030	41,623
1,3977	38,904	1,4031	41,674
1,3978	38,955	1,4032	41,725
1,3979	39,007	1,4033	41,776
1,3980	39,059	1,4034	41,826
1,3981	39,111	1,4035	41,877
1,3982	39,163	1,4036	41,928
1,3983	39,214	1,4037	41,978
1,3984	39,266	1,4038	42,029
1,3985	39,318	1,4039	42,080
1,3986	39,370	1,4040	42,130
1,3987	39,421	1,4041	42,181
1,3988	39,473	1,4042	42,231
1,3989	39,525	1,4043	42,282
1,3990	39,576	1,4044	42,332
1,3991	39,628	1,4045	42,383
1,3992	39,679	1,4046	42,433
1,3993	39,731	1,4047	42,484
1,3994	39,782	1,4048	42,534
1,3995	39,834	1,4049	42,585
1,3996	39,885	1,4050	42,635
1,3997	39,937	1,4051	42,685
1,3998	39,988	1,4052	42,736
1,3999	40,040	1,4053	42,786
1,4000	40,091	1,4054	42,836
1,4001	40,142	1,4055	42,887
1,4002	40,194	1,4056	42,937
1,4003	40,245	1,4057	42,987
1,4004	40,296	1,4058	43,037
1,4005	40,348	1,4059	43,088



Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4006	40,399	1,4060	43,138
1,4007	40,450	1,4061	43,188
1,4008	40,501	1,4062	43,238
1,4009	40,553	1,4063	43,288
1,4010	40,604	1,4064	43,338
1,4011	40,655	1,4065	43,388
1,4012	40,706	1,4066	43,439
1,4013	40,757	1,4067	43,489
1,4014	40,808	1,4068	43,539
1,4015	40,860	1,4069	43,589
1,4016	40,911	1,4070	43,639
1,4017	40,962	1,4071	43,689
1,4018	41,013	1,4072	43,739
1,4019	41,064	1,4073	43,789
1,4020	41,115	1,4074	43,836
1,4021	41,166	1,4075	43,888
1,4022	41,217	1,4076	43,936
1,4077	43,988	1,4131	46,652
1,4078	44,038	1,4132	46,701
1,4079	44,068	1,4133	46,750
1,4080	44,138	1,4134	46,799
1,4081	44,187	1,4135	46,848
1,4082	44,237	1,4136	46,896
1,4083	44,287	1,4137	46,945
1,4084	44,337	1,4138	46,994
1,4085	44,386	1,4139	47,043
1,4086	44,436	1,4140	47,091
1,4087	44,486	1,4141	47,140
1,4088	44,535	1,4142	47,188
1,4089	44,585	1,4143	47,237
1,4090	44,635	1,4144	47,286
1,4091	44,684	1,4145	47,334
1,4092	44,734	1,4146	47,383
1,4093	44,788	1,4147	47,431
1,4094	44,833	1,4148	47,480
1,4095	44,882	1,4149	47,528
1,4096	44,932	1,4150	47,577
1,4097	44,981	1,4151	47,625
1,4098	45,031	1,4152	47,674
1,4099	45,080	1,4153	47,722
1,4100	45,130	1,4154	47,771
1,4101	45,179	1,4155	47,819
1,4102	45,228	1,4156	47,868
1,4103	45,278	1,4157	47,916
1,4104	45,327	1,4158	47,984
1,4105	45,376	1,4159	48,013
1,4106	45,426	1,4160	48,061
1,4107	45,475	1,4161	48,109
1,4108	45,524	1,4162	48,158
1,4109	45,574	1,4163	48,206
1,4110	45,623	1,4164	48,254
1,4111	45,672	1,4165	48,302
1,4112	45,721	1,4166	48,350

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4113	45,770	1,4167	48,399
1,4114	45,820	1,4168	48,447
1,4115	45,869	1,4169	48,495
1,4116	45,918	1,4170	48,543
1,4117	45,967	1,4171	48,591
1,4118	46,016	1,4172	48,639
1,4119	46,065	1,4173	48,687
1,4120	46,114	1,4174	48,735
1,4121	46,163	1,4175	48,784
1,4122	46,212	1,4176	48,832
1,4123	46,261	1,4177	48,880
1,4124	46,310	1,4178	48,928
1,4125	46,359	1,4179	48,976
1,4126	46,408	1,4180	49,023
1,4127	46,457	1,4181	49,071
1,4128	46,506	1,4182	49,119
1,4129	46,555	1,4183	49,167
1,4130	46,604	1,4184	49,215
1,4185	49,263	1,4239	51,822
1,4186	49,311	1,4240	51,869
1,4187	49,359	1,4241	51,916
1,4188	49,407	1,4242	51,963
1,4189	49,454	1,4243	52,010
1,4190	49,502	1,4244	52,057
1,4191	49,550	1,4245	52,104
1,4192	49,598	1,4246	52,150
1,4193	49,645	1,4247	52,197
1,4194	49,693	1,4248	52,244
1,4195	49,741	1,4249	52,291
1,4196	49,788	1,4250	52,338
1,4197	49,836	1,4251	52,384
1,4198	49,884	1,4252	52,431
1,4199	49,931	1,4253	52,478
1,4200	49,979	1,4254	52,524
1,4201	50,027	1,4255	52,571
1,4202	50,074	1,4256	52,618
1,4203	50,122	1,4257	52,664
1,4204	50,169	1,4258	52,711
1,4205	50,217	1,4259	52,758
1,4206	50,264	1,4260	52,804
1,4207	50,312	1,4261	52,851
1,4208	50,359	1,4262	52,897
1,4209	50,407	1,4263	52,944
1,4210	50,454	1,4264	52,990
1,4211	50,502	1,4265	53,037
1,4212	50,549	1,4266	53,083
1,4213	50,596	1,4267	53,138
1,4214	50,644	1,4268	53,176
1,4215	50,691	1,4269	53,223
1,4216	50,738	1,4270	53,269
1,4217	50,786	1,4271	53,316
1,4218	50,833	1,4272	53,362
1,4219	50,880	1,4273	53,408

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4220	50,928	1,4274	53,455
1,4221	50,975	1,4275	53,501
1,4222	51,022	1,4276	53,548
1,4223	51,069	1,4277	53,594
1,4224	51,116	1,4278	53,640
1,4225	51,164	1,4279	53,686
1,4226	51,211	1,4280	53,733
1,4227	51,258	1,4281	53,779
1,4228	51,305	1,4282	53,825
1,4229	51,352	1,4283	53,871
1,4230	51,399	1,4284	53,918
1,4231	51,446	1,4285	53,964
1,4232	51,493	1,4286	54,010
1,4233	51,540	1,4287	54,056
1,4234	51,587	1,4288	54,102
1,4235	51,634	1,4289	54,148
1,4236	51,681	1,4290	54,194
1,4237	51,728	1,4291	54,241
1,4238	51,775	1,4292	54,287
1,4293	54,333	1,4347	56,796
1,4294	54,379	1,4348	56,841
1,4295	54,425	1,4349	56,887
1,4296	54,471	1,4350	56,932
1,4297	54,517	1,4351	56,977
1,4298	54,563	1,4352	57,022
1,4299	54,609	1,4353	57,067
1,4300	54,655	1,4354	57,112
1,4301	54,701	1,4355	57,157
1,4302	54,746	1,4356	57,202
1,4303	54,792	1,4357	57,247
1,4304	54,838	1,4358	57,292
1,4305	54,884	1,4359	57,337
1,4306	54,930	1,4360	57,382
1,4307	54,976	1,4361	57,427
1,4308	55,022	1,4362	57,472
1,4309	55,067	1,4363	57,517
1,4310	55,113	1,4364	57,562
1,4311	55,159	1,4365	57,607
1,4312	55,205	1,4366	57,652
1,4313	55,250	1,4367	57,697
1,4314	55,296	1,4368	57,742
1,4315	55,342	1,4369	57,787
1,4316	55,388	1,4370	57,832
1,4317	55,433	1,4371	57,877
1,4318	55,479	1,4372	57,921
1,4319	55,524	1,4373	57,966
1,4320	55,570	1,4374	58,011
1,4321	55,616	1,4375	58,056
1,4322	55,661	1,4376	58,101
1,4323	55,707	1,4377	58,145
1,4324	55,752	1,4378	58,190
1,4325	55,798	1,4379	58,235
1,4326	55,844	1,4380	58,279

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4327	55,889	1,4381	58,324
1,4328	55,935	1,4382	58,369
1,4329	55,980	1,4383	58,413
1,4330	56,026	1,4384	58,458
1,4331	56,071	1,4385	58,503
1,4332	56,116	1,4386	58,547
1,4333	56,162	1,4387	58,592
1,4334	56,207	1,4388	58,637
1,4335	56,253	1,4389	58,681
1,4336	56,298	1,4390	58,726
1,4337	56,343	1,4391	58,770
1,4338	56,389	1,4392	58,815
1,4339	56,434	1,4393	58,859
1,4340	56,479	1,4394	58,904
1,4341	56,525	1,4395	58,948
1,4342	56,570	1,4396	58,993
1,4343	56,615	1,4397	59,037
1,4344	56,660	1,4398	59,082
1,4345	56,706	1,4399	59,126
1,4346	56,751	1,4400	59,170
1,4401	59,215	1,4455	61,591
1,4402	59,259	1,4456	61,634
1,4403	59,304	1,4457	61,678
1,4404	59,348	1,4458	61,721
1,4405	59,392	1,4459	61,765
1,4406	59,437	1,4460	61,809
1,4407	59,481	1,4461	61,852
1,4408	59,525	1,4462	61,896
1,4409	59,569	1,4463	61,939
1,4410	59,614	1,4464	61,983
1,4411	59,658	1,4465	62,026
1,4412	59,702	1,4466	62,070
1,4413	59,746	1,4467	62,113
1,4414	59,791	1,4468	62,156
1,4415	59,835	1,4469	62,200
1,4416	59,879	1,4470	62,243
1,4417	59,923	1,4471	62,287
1,4418	59,967	1,4472	62,330
1,4419	60,011	1,4473	62,373
1,4420	60,056	1,4474	62,417
1,4421	60,100	1,4475	62,460
1,4422	60,144	1,4476	62,503
1,4423	60,188	1,4477	62,547
1,4424	60,232	1,4478	62,590
1,4425	60,276	1,4479	62,633
1,4426	60,320	1,4480	62,677
1,4427	60,364	1,4481	62,720
1,4428	60,408	1,4482	62,763
1,4429	60,452	1,4483	62,806
1,4430	60,496	1,4484	62,849
1,4431	60,540	1,4485	62,893
1,4432	60,584	1,4486	62,936
1,4433	60,628	1,4487	62,979

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4434	60,672	1,4488	63,022
1,4435	60,716	1,4489	63,065
1,4436	60,759	1,4490	63,108
1,4437	60,803	1,4491	63,152
1,4438	60,847	1,4492	63,195
1,4439	60,891	1,4493	63,238
1,4440	60,935	1,4494	63,281
1,4441	60,979	1,4495	63,324
1,4442	61,023	1,4496	63,367
1,4443	61,066	1,4497	63,410
1,4444	61,110	1,4498	63,453
1,4445	61,154	1,4499	63,496
1,4446	61,198	1,4500	63,539
1,4447	61,241	1,4501	63,582
1,4448	61,285	1,4502	63,625
1,4449	61,329	1,4503	63,668
1,4450	61,372	1,4504	63,711
1,4451	61,416	1,4505	63,754
1,4452	61,460	1,4506	63,797
1,4453	61,503	1,4507	63,840
1,4454	61,547	1,4508	63,882
1,4509	63,925	1,4563	66,221
1,4510	63,968	1,4564	66,263
1,4511	64,011	1,4565	66,305
1,4512	64,054	1,4566	66,347
1,4513	64,097	1,4567	66,389
1,4514	64,139	1,4568	66,431
1,4515	64,182	1,4569	66,473
1,4516	64,225	1,4570	66,515
1,4517	64,268	1,4571	66,557
1,4518	64,311	1,4572	66,599
1,4519	64,353	1,4573	66,641
1,4520	64,396	1,4574	66,683
1,4521	64,439	1,4575	66,725
1,4522	64,481	1,4576	66,767
1,4523	64,524	1,4577	66,809
1,4524	64,567	1,4578	66,851
1,4525	64,609	1,4579	66,893
1,4526	64,652	1,4580	66,935
1,4527	64,695	1,4581	66,977
1,4528	64,737	1,4582	67,019
1,4529	64,780	1,4583	67,061
1,4530	64,823	1,4584	67,103
1,4531	64,865	1,4585	67,145
1,4532	64,908	1,4586	67,186
1,4533	64,950	1,4587	67,228
1,4534	64,993	1,4588	67,270
1,4535	65,035	1,4589	67,312
1,4536	65,078	1,4590	67,354
1,4537	65,120	1,4591	67,396
1,4538	65,163	1,4592	67,437
1,4539	65,205	1,4593	67,479
1,4540	65,248	1,4594	67,521

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4541	65,290	1,4595	67,563
1,4542	65,333	1,4596	67,604
1,4543	65,375	1,4597	67,646
1,4544	65,417	1,4598	67,688
1,4545	65,460	1,4599	67,729
1,4546	65,502	1,4600	67,771
1,4547	65,544	1,4601	67,813
1,4548	65,587	1,4602	67,854
1,4549	65,629	1,4603	67,896
1,4550	65,672	1,4604	67,938
1,4551	65,714	1,4605	67,979
1,4552	65,756	1,4606	68,021
1,4553	65,798	1,4607	68,063
1,4554	65,841	1,4608	68,104
1,4555	65,883	1,4609	68,146
1,4556	65,925	1,4610	68,187
1,4557	65,967	1,4611	68,229
1,4558	66,010	1,4612	68,270
1,4559	66,052	1,4613	68,312
1,4560	66,094	1,4614	68,353
1,4561	66,136	1,4615	68,395
1,4562	66,178	1,4616	68,436
1,4617	68,478	1,4671	70,698
1,4618	68,519	1,4672	70,739
1,4619	68,561	1,4673	70,780
1,4620	68,602	1,4674	70,821
1,4621	68,643	1,4675	70,861
1,4622	68,685	1,4676	70,902
1,4623	68,726	1,4677	70,943
1,4624	68,768	1,4678	70,984
1,4625	68,809	1,4679	71,024
1,4626	68,850	1,4680	71,065
1,4627	68,892	1,4681	71,106
1,4628	68,933	1,4682	71,146
1,4629	68,974	1,4683	71,187
1,4630	69,016	1,4684	71,228
1,4631	69,057	1,4685	71,268
1,4632	69,098	1,4686	71,309
1,4633	69,139	1,4687	71,349
1,4634	69,181	1,4688	71,390
1,4635	69,222	1,4689	71,431
1,4636	69,263	1,4690	71,471
1,4637	69,304	1,4691	71,512
1,4638	69,346	1,4692	71,552
1,4639	69,387	1,4693	71,593
1,4640	69,428	1,4694	71,633
1,4641	69,469	1,4695	71,674
1,4642	69,510	1,4696	71,714
1,4643	69,551	1,4697	71,755
1,4644	69,593	1,4698	71,795
1,4645	69,634	1,4699	71,836
1,4646	69,675	1,4700	71,876
1,4647	69,716	1,4701	71,917

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4648	69,757	1,4702	71,957
1,4649	69,798	1,4703	71,998
1,4650	69,839	1,4704	72,038
1,4651	69,880	1,4705	72,078
1,4652	69,921	1,4706	72,119
1,4653	69,962	1,4707	72,159
1,4654	70,003	1,4708	72,199
1,4655	70,044	1,4709	72,240
1,4656	70,085	1,4710	72,280
1,4657	70,126	1,4711	72,320
1,4658	70,167	1,4712	72,361
1,4659	70,208	1,4713	72,401
1,4660	70,249	1,4714	72,441
1,4661	70,290	1,4715	72,482
1,4662	70,331	1,4716	72,522
1,4663	70,372	1,4717	72,562
1,4664	70,413	1,4718	72,602
1,4665	70,453	1,4719	72,643
1,4666	70,494	1,4720	72,683
1,4667	70,535	1,4721	72,723
1,4668	70,576	1,4722	72,763
1,4669	70,617	1,4723	72,803
1,4670	70,658	1,4724	72,843
1,4725	72,884	1,4779	75,035
1,4726	72,924	1,4780	75,074
1,4727	72,964	1,4781	75,114
1,4728	73,004	1,4782	75,153
1,4729	73,044	1,4783	75,193
1,4730	73,084	1,4784	75,232
1,4731	73,124	1,4785	75,272
1,4732	73,164	1,4786	75,311
1,4733	73,204	1,4787	75,350
1,4734	73,244	1,4788	75,390
1,4735	73,285	1,4789	75,429
1,4736	73,325	1,4790	75,469
1,4737	73,365	1,4791	75,508
1,4738	73,405	1,4792	75,547
1,4739	73,445	1,4793	75,587
1,4740	73,485	1,4794	75,626
1,4741	73,524	1,4795	75,666
1,4742	73,564	1,4796	75,705
1,4743	73,604	1,4797	75,744
1,4744	73,644	1,4798	75,784
1,4745	73,684	1,4799	75,823
1,4746	73,724	1,4800	75,862
1,4747	73,764	1,4801	75,901
1,4748	73,804	1,4802	75,941
1,4749	73,844	1,4803	75,980
1,4750	73,884	1,4804	76,019
1,4751	73,924	1,4805	76,058
1,4752	73,963	1,4806	76,098
1,4753	74,003	1,4807	76,137
1,4754	74,043	1,4808	76,176



Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4755	74,083	1,4809	76,215
1,4756	74,123	1,4810	76,254
1,4757	74,162	1,4811	76,294
1,4758	74,202	1,4812	76,333
1,4759	74,242	1,4813	76,372
1,4760	74,282	1,4814	76,411
1,4761	74,321	1,4815	76,450
1,4762	74,361	1,4816	76,489
1,4763	74,401	1,4817	76,528
1,4764	74,441	1,4818	76,567
1,4765	74,480	1,4819	76,607
1,4766	74,520	1,4820	76,646
1,4767	74,560	1,4821	76,685
1,4768	74,599	1,4822	76,724
1,4769	74,639	1,4823	76,763
1,4770	74,678	1,4824	76,802
1,4771	74,718	1,4825	76,841
1,4772	74,758	1,4826	76,880
1,4773	74,797	1,4827	76,919
1,4774	74,837	1,4828	76,958
1,4775	74,876	1,4829	76,997
1,4776	74,916	1,4830	77,036
1,4777	74,956	1,4831	77,075
1,4778	74,995	1,4832	77,113
1,4833	77,152	1,4887	79,238
1,4834	77,191	1,4888	79,276
1,4835	77,230	1,4889	79,314
1,4836	77,269	1,4890	79,353
1,4837	77,308	1,4891	79,391
1,4838	77,347	1,4892	79,429
1,4839	77,386	1,4893	79,468
1,4840	77,425	1,4894	79,506
1,4841	77,463	1,4895	79,544
1,4842	77,502	1,4896	79,582
1,4843	77,541	1,4897	79,620
1,4844	77,580	1,4898	79,659
1,4845	77,619	1,4899	79,697
1,4846	77,657	1,4900	79,735
1,4847	77,696	1,4901	79,773
1,4848	77,735	1,4902	79,811
1,4849	77,774	1,4903	79,850
1,4850	77,812	1,4904	79,888
1,4851	77,851	1,4905	79,926
1,4852	77,890	1,4906	79,964
1,4853	77,928	1,4907	80,002
1,4854	77,967	1,4908	80,040
1,4855	78,006	1,4909	80,078
1,4856	78,045	1,4910	80,116
1,4857	78,083	1,4911	80,154
1,4858	78,122	1,4912	80,192
1,4859	78,160	1,4913	80,231
1,4860	78,199	1,4914	80,269
1,4861	78,238	1,4915	80,307

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4862	78,276	1,4916	80,345
1,4863	78,315	1,4917	80,383
1,4864	78,353	1,4918	80,421
1,4865	78,392	1,4919	80,459
1,4866	78,431	1,4920	80,497
1,4867	78,469	1,4921	80,534
1,4868	78,508	1,4922	80,572
1,4869	78,546	1,4923	80,610
1,4870	78,585	1,4924	80,648
1,4871	78,623	1,4925	80,686
1,4872	78,662	1,4926	80,724
1,4873	78,700	1,4927	80,762
1,4874	78,739	1,4928	80,800
1,4875	78,777	1,4929	80,838
1,4876	78,816	1,4930	80,876
1,4877	78,854	1,4931	80,913
1,4878	78,892	1,4932	80,951
1,4879	78,931	1,4933	80,989
1,4880	78,969	1,4934	81,027
1,4881	79,008	1,4935	81,065
1,4882	79,046	1,4936	81,103
1,4883	79,084	1,4937	81,140
1,4884	79,123	1,4938	81,178
1,4885	79,161	1,4939	81,216
1,4886	79,199	1,4940	81,254
1,4941	81,291	1,4996	83,351
1,4942	81,329	1,4997	83,388
1,4943	81,367	1,4998	83,425
1,4944	81,405	1,4999	83,463
1,4945	81,442	1,5000	83,500
1,4946	81,480	1,5001	83,537
1,4947	81,518	1,5002	83,574
1,4948	81,555	1,5003	83,611
1,4949	81,593	1,5004	83,648
1,4950	81,631	1,5005	83,685
1,4951	81,668	1,5006	83,722
1,4952	81,706	1,5007	83,759
1,4953	81,744	1,5008	83,796
1,4954	81,781	1,5009	83,833
1,4955	81,819	1,5010	83,870
1,4956	81,856	1,5011	83,907
1,4957	81,894	1,5012	83,944
1,4958	81,932	1,5013	83,981
1,4959	81,969	1,5014	84,018
1,4960	82,007	1,5015	84,055
1,4961	82,044	1,5016	84,092
1,4962	82,082	1,5017	84,129
1,4963	82,119	1,5018	84,166
1,4964	82,157	1,5019	84,203
1,4965	82,194	1,5020	84,240
1,4966	82,232	1,5021	84,277
1,4967	82,269	1,5022	84,314
1,4968	82,307	1,5023	84,351

Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %	Törésmutató (n) 20 °C-on	Szacharóztartalom %
1,4969	82,344	1,5024	84,388
1,4970	82,381	1,5025	84,424
1,4971	82,419	1,5026	84,461
1,4972	82,456	1,5027	84,498
1,4973	82,494	1,5028	84,535
1,4974	82,531	1,5029	84,572
1,4975	82,569	1,5030	84,609
1,4976	82,606	1,5031	84,645
1,4977	82,643	1,5032	84,682
1,4979	82,718	1,5033	84,719
1,4980	82,755	1,5034	84,756
1,4981	82,793	1,5035	84,792
1,4982	82,830	1,5036	84,829
1,4983	82,867	1,5037	84,866
1,4984	82,905	1,5038	84,903
1,4985	82,942	1,5039	84,939
1,4986	82,979	1,5040	84,976
1,4987	83,016	1,5041	85,013
1,4988	83,054	1,5042	85,049
1,4989	83,091	1,5043	85,086
1,4990	83,128	1,5044	85,123
1,4991	83,165	1,5045	85,159
1,4992	83,202	1,5046	85,196
1,4993	83,240	1,5047	85,233
1,4994	83,277	1,5048	85,269
1,4995	83,314	1,5049	85,306
1,5050	85,343	1,5065	85,890
1,5051	85,379	1,5066	85,927
1,5052	85,416	1,5067	85,963
1,5053	85,452	1,5068	86,000
1,5054	85,489	1,5069	86,036
1,5055	85,525	1,5070	86,072
1,5056	85,562	1,5071	86,109
1,5057	85,598	1,5072	86,145
1,5058	85,635	1,5073	86,182
1,5059	85,672	1,5074	86,218
1,5060	85,708	1,5075	86,254
1,5061	85,744	1,5076	86,291
1,5062	85,781	1,5077	86,327
1,5063	85,817	1,5078	86,363
1,5064	85,854	1,5079	86,399

#### 4. MÓDSZER

##### Redukálócukor-tartalom meghatározása, invertcukorban kifejezve

(A Berliini Intézet módszere)

1. Alkalmazási terület  
A módszerrel invertcukorban kifejezett redukálócukor-tartalmat határozzunk meg félféher cukorban.
2. Fogalm meghatározás  
„Az invertcukorban kifejezett redukálócukor”: redukálócukor-tartalom a következőkben részletezett módszerrel meghatározva.
3. A módszer elve  
A mintaoldatban lévő redukálóanyagok a  $\text{Cu}^{2+}$ -ionokat redukálják. A keletkezett  $\text{Cu}_2\text{O}$ -t oxidálja a hozzáadott jóddal, majd a jóddal feleslegét nátrium-tioszulfát-oldattal visszatitrljuk.

## 4. Anyagok

4.1. Cu(II)-ionokat tartalmazó oldat (Müller-féle reagens).

4.1.1. 35 g réz-szulfátot ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ ) oldunk 400 cm<sup>3</sup> forró vízben, hagyjuk lehűlni.4.1.2. 173 g kálium-nátrium-tartarátot ( $\text{KNaC}_4\text{O}_6\text{H}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) és 68 g vízmentes nátrium-karbonátot feloldunk 500 cm<sup>3</sup> forró vízben. Hagyjuk lehűlni.4.1.3. A két oldatot (4.1.1. és 4.1.2.) összekeverjük egy 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban, majd vízzel jelig töltjük. A mérőlombikba 2 g aktív szenet teszünk, felrázzuk, néhány órán át állni hagyjuk, és ezután az oldatot vastag szűrőpapíron vagy membránszűrőn átszűrjük. Ha hosszabb tárolás következtében a réz-oxid kicsapódna, akkor az oldatot újra átszűrjük.4.2. Ecetsav-oldat; 5 mol/dm<sup>3</sup>-es4.3. Jódoldat; 0,01665 mol/dm<sup>3</sup>-es (0,0333 n; 4,2258 g/dm<sup>3</sup>)4.4. Nátrium-tioszulfát-oldat; 0,0333 mol/dm<sup>3</sup>-es4.5. Keményítő-oldat; 5 g oldható keményítőt eldörzsölünk 30 cm<sup>3</sup> vízzel, és a kapott keményítőtejet 1 dm<sup>3</sup> forró vízbe öntjük. Három percig forraljuk, lehűtjük és – ha szükséges – konzerválószerként adunk hozzá 10 mg higany-jodidot.

## 5. Eszközök

5.1. Erlenmeyer-lombik, 300 cm<sup>3</sup>-es; büretták és pipetták

5.2. Vízfürdő

## 6. A vizsgálat módja

6.1. Legfeljebb 30 mg invertcukrot tartalmazó mintamennyiséget (10 g vagy kevesebb) bemérünk 300 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer-lombikba és kb. 100 cm<sup>3</sup> vízben feloldjuk. Hozzáadunk 10 cm<sup>3</sup> Müller-féle reagenst (4.1.). Jól összekeverjük és pontosan 10 percig forrásban lévő vízfürdőbe helyezzük (5.2.). Az Erlenmeyer-lombikban lévő oldat szintje 20 mm-el alacsonyabb legyen, mint a vízfürdő szintje. Folyóvíz alatt (vízcsap) gyorsan lehűtjük a lombik tartalmát, keverés nélkül, nehogy a réz(II)-oxidot a levegő oxigénje oxidálja. A lehűtött oldathoz 5 cm<sup>3</sup> 5 mol/dm<sup>3</sup>-es ecetsavat (4.2.) adunk pipettázva, rázás nélkül, majd bürettából azonnal hozzáadunk 20–40 cm<sup>3</sup> 0,01665 mol/dm<sup>3</sup>-es jódoldatot (4.3.) /feleslegben legyen/. Ezután a lombik tartalmát összerázzuk, a réz-csapadék teljes feloldódásáig. A jódoldat-felesleget 0,0333 mol/dm<sup>3</sup>-es nátrium-tioszulfát-oldattal (4.4.) visszatitráljuk, keményítő indikátor mellett. Az indikátort a titrálás vége felé adjuk hozzá.6.2. Egyidejűleg ellenőrző vizsgálatot is végzünk. Az ellenőrző vizsgálatot (vakpróbát) új Müller-reagens készítése esetén el kell végezni. A jódoldat fogyasztás ne haladja meg a 0,1 cm<sup>3</sup>-t.

6.3. Párhuzamosan el kell végezni a meghatározást a cukoroldattal melegítés nélkül is. Hagyjuk állni 10 percig szobahőmérsékleten, hogy az olyan redukálóanyagok, mint a kén-dioxid, reakcióba lépjenek.

## 7. Az eredmény kiszámítása

A fogyott jódoldat térfogata: a feleslegben adott 0,01665 mol/dm<sup>3</sup>-es jódoldat mennyisége cm<sup>3</sup>-ben, minusz a meghatározáskor fogyott nátrium-tioszulfát-oldat (0,0333 mol/dm<sup>3</sup>-es) mennyisége cm<sup>3</sup>-ben. A fogyott 0,01665 mol/dm<sup>3</sup>-es jódoldat térfogatát (cm<sup>3</sup>-ben) korrigálni kell a következő levonásokkal: (7.1.; 7.2.; 7.3.).7.1. A vízzel vakpróbára (6.2.) fogyott térfogat cm<sup>3</sup>-ben.7.2. A cukoroldattal (6.3.) hidegkorrekcióra fogyott térfogat cm<sup>3</sup>-ben.7.3. Az aliquotban jelen lévő minden 10 g szacharózra 2,0 cm<sup>3</sup>-nyi érték fogy, vagy ha a minta 10 g-nál kevesebb szacharózt tartalmaz, akkor azzal arányos mennyiség (szacharózkorrekció).A fenti korrekciók elvégzése után 1 cm<sup>3</sup> jódoldat (4.3.) 1 mg invertcukornak felel meg. Az invertcukor-tartalom, százalékban a következő képlettel számítható ki:

$$\text{I}\% = \frac{V_1}{10 \cdot m_0}$$

ahol

V<sub>1</sub> = a jódoldat (4.3.) térfogata korrekció után cm<sup>3</sup>-benm<sub>0</sub> = a meghatározásra került minta tömege, g-ban

## 8. Ismételhetség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,02 g/100 g minta lehet.

## 5. MÓDSZER

### Redukálócukor-tartalom meghatározása invertcukorban kifejezve

(Knight és Allen módszere)

1. Alkalmazási terület  
A módszerrel az invertcukorban kifejezett redukálócukor-tartalmat határozzuk meg:
  - cukorban vagy fehér cukorban,
  - finomított fehér cukorban
2. Fogalom meghatározás  
„Az invertcukorban kifejezett redukálócukor”: redukálócukor-tartalom, a következőkben részletezett módszerrel meghatározva.
3. A módszer elve  
A mintaoldathoz feleslegben adott réztartalmú reagens redukálódik, majd a nem redukált részét EDTA-oldattal visszatitrljuk.
4. Vegyszerek
  - 4.1. Etilén-diamin-tetraecetsav (EDTA) dinátrium só 0,0025 mol/dm<sup>3</sup>-es oldata: oldjunk fel 0,930 g EDTA dinátrium sót vízben, majd töltsük fel vízzel egy literre.
  - 4.2. Murexid indikátoroldat: adjunk 0,25 g murexidot 50 cm<sup>3</sup> vízhez és keverjük össze metilénkék 0,2 g/100 cm<sup>3</sup> vizes oldatából 20 cm<sup>3</sup>-rel.
  - 4.3. Lúgos rézreagens: oldjunk fel 25 g vízmentes nátrium-karbonátot és 25 g kálium-nátrium-tartarát-tetrahidrátot kb. 600 cm<sup>3</sup> vízben, amely 40 cm<sup>3</sup>-t tartalmaz az 1 mol/dm<sup>3</sup> töménységű nátrium-hidroxidból. Oldjunk fel 6 g-ot a két vegyértékű réz-szulfát-penta-hidrátból (CuSO<sub>4</sub> · 5 H<sub>2</sub>O) kb. 100 cm<sup>3</sup> vízben és adjuk a tartarát-oldathoz. Hígítsuk 1 literre vízzel.  
Megjegyzés: az oldat korlátozott ideig használható.
  - 4.4. Standard invertcukoroldat: oldjunk fel 23,750 g tiszta szacharózt (4.5.) kb. 120 cm<sup>3</sup> vízben egy 250 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban, adjunk hozzá 9 cm<sup>3</sup> sósavat (sűrűsége = 1,19 g/cm<sup>3</sup>), és hagyjuk állni nyolc napot szobahőmérsékleten. Töltsük fel az oldatot 250 cm<sup>3</sup>-re és ellenőrizzük a hidrolízis teljességét egy 200 mm-es csőben polariméteres vagy szachariméteres leolvasással. Ennek –11,80 ±0,05 °Z-nak kell lenni (lásd a megjegyzést, 9. pont), pipettázzunk 200 cm<sup>3</sup>-t ebből az oldatból egy 2000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba. Hígítsuk vízzel, és mialatt rázzuk (hogy elkerüljük a túlzott helyi lúgosodást), adjunk hozzá 71,4 cm<sup>3</sup> olyan nátrium-hidroxid-oldatot (1 mol/dm<sup>3</sup>), melyben 4 g benzooesav is feloldásra került. Töltsük fel 2000 cm<sup>3</sup>-re, hogy az oldat 1 g/100 cm<sup>3</sup> invertcukrot tartalmazzon. Az oldat pH értéke kb. 3 kell, hogy legyen. Ez a stabil törzsoldat csak közvetlenül felhasználás előtt hígítható.
  - 4.5. Tiszta szacharóz: szacharóz legfeljebb 0,001 g/100 g invertcukor-tartalommal.
5. Eszközök
  - 5.1. Kémcső, 150 x 20 mm
  - 5.2. Fehér porcelán tál
  - 5.3. Analitikai mérleg legalább 0,1 mg pontossággal.
6. A vizsgálat módja
  - 6.1. Kémcsőben oldjunk fel 5 g cukormintát 5 cm<sup>3</sup> hideg vízben (5.1.). Adjunk hozzá 2 cm<sup>3</sup>-t a rézreagensből (4.3.), és keverjük össze. Merítsük a csövet a forrásban lévő vízfürdőbe 5 percre, majd hűtsük le hideg vízben.
  - 6.2. A kémcsőben lévő oldatot vigyük át veszteségmentesen, minél kevesebb víz felhasználásával a fehér porcelán tálba (5.2.), adjunk hozzá három csepp indikátort (4.2.) és titrljuk EDTA-oldattal (4.1.). A V<sub>0</sub> a titrláshoz fogyott EDTA-oldat köbcéntimétereinek (cm<sup>3</sup>) száma. A végpontnál az oldat színe zöldből szürkén keresztül bíborra vált. A bíbor szín lassan eltűnik, a réz(I)-oxidnak réz(II)-oxiddá történő oxidációja miatt, ami függ a jelenlévő redukált réz koncentrációjától. A titrlás végpontját ezért igen gyorsan kell megközelíteni.
  - 6.3. Készítsünk kalibrációs görbét úgy, hogy az invertcukor ismert mennyiségét hozzáadjuk (a 4.4. oldat megfelelően hígítva) 5 g tiszta szacharózhoz (4.5.) és adjunk megfelelő mennyiségű hideg vizet úgy, hogy az oldat összesen 5 cm<sup>3</sup> legyen. Ábrázoljuk a titrlásnál kapott fogyásiértékeket (cm<sup>3</sup>-ben) az 5 g szacharózhoz hozzáadott invertcukor százalékának függvényében: egyenest kapunk a 0,001–0,019 g invertcukor/100 g minta tartományban.
7. Az eredmények kiszámítása  
Olvassuk le a kalibrációs görbéről azt az invertcukor százalékot, ami a minta vizsgálatánál meghatározott V<sub>0</sub> cm<sup>3</sup> EDTA értékhez tartozik. Ha a vizsgálandó mintában a koncentráció várhatóan nagyobb, mint 0,017 g invertcukor/100 g minta, a vizsgálatra bemért minta mennyiségét (6.1.) ennek megfelelően csökkenteni kell, de a vizsgálati mintát tiszta szacharózzal (4.5.) 5 g-ra ki kell egészíteni.

## 8. Ismételtelhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,005 g/100 g minta lehet.

## 9. Megjegyzés

A  $\alpha$  értékét 2,889-el osztva válthatjuk át a polarimetriás szögfokra. Szükséges eszközök, műszerek: 200 mm-es polariméter cső; nátriumgőz lámpa, mint fényforrás; mérőműszer (polariméter v. szachariméter) amelyet olyan helyen kell elhelyezni, ahol a hőmérséklet 20 °C körüli érték.

**6. MÓDSZER****Redukálócukor-tartalom meghatározása invertcukorban kifejezve**

(Luff–Schoorl módszer)

## 1. Az alkalmazási terület

A módszerrel meghatározunk

## 1.1. Invertcukorban kifejezett redukálócukor-tartalmat:

- cukoroldatban vagy fehér cukoroldatban
- invertcukoroldatban vagy fehér invertcukoroldatban
- invertcukorszirupban vagy fehér invertcukorszirupban

## 1.2. Dextróz egyenértékben kifejezett és szárazanyagtartalomra számított redukálócukor-tartalmat:

- glükózsirupban
- szárított glükózsirupban

## 1.3. D-glükózban kifejezett redukálócukor-tartalmat:

- dextróz monohidrátban
- vízmentes dextrózban

## 2. Fogalom meghatározás

„Az invertcukorban, D-glükózban vagy dextróz egyenértékben kifejezett redukálócukor tartalom”: redukálócukor-tartalom a következőkben részletezett módszer szerint meghatározva, és invertcukorban, D-glükózban vagy dextrózban kifejezve vagy számítva.

## 3. A módszer elve

A mintaoldatban lévő redukálócukrokat (ha szükséges, derítés után) meghatározott módon forrásig melegítjük Cu (II) ionokat tartalmazó oldattal, mely Cu (I) ionná alakul. A Cu (II) felesleget jodometriásan határozzuk meg.

## 4. Vegyszerek

- 4.1. Carrez I. oldat: 21,95 g cink-acetát-dihidrátot ( $\text{Zn}/\text{CH}_3\text{COO}/_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) vagy 24 g cink-acetát-trihidrátot ( $\text{Zn}/\text{CH}_3\text{COO}/_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) és 3 cm<sup>3</sup> jégecetet oldunk 100 cm<sup>3</sup> vízben.
- 4.2. Carrez II. oldat: 10,6 g kálium-hexaciano-ferrát-(II)-ot ( $\text{K}_4/\text{Fe}(\text{CN})_6/ \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ) oldunk 100 cm<sup>3</sup> vízben.
- 4.3. Luff-Schoorl reagens: az alábbi oldatokat készítjük el:
  - 4.3.1. Réz-szulfát-oldat: 25 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ -t feloldunk 100 cm<sup>3</sup> vízben.
  - 4.3.2. Citromsav-oldat: 50 g citromsavat ( $\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) feloldunk 50 cm<sup>3</sup> vízben.
  - 4.3.3. Nátrium-karbonát-oldat: 143,8 g vízmentes nátrium-karbonátot feloldunk 300 cm<sup>3</sup> meleg vízben és lehűtjük.
  - 4.3.4. A citromsav-oldatot 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban (4.3.2.) lassan összekeverjük a nátrium-karbonát-oldattal (4.3.3.). A habzás megszűnése után a réz-szulfát oldatot (4.3.1.) hozzáöntjük és 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban vízzel jelig töltjük. Állni hagyjuk egy éjszakán át, és ha szükséges átszűrjük. A 6.1. pontban leírt módszer szerint ellenőrizzük a reagens molaritását ( $\text{Cu}$  0,1 mol/dm<sup>3</sup>;  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  1 mol/dm<sup>3</sup>).
- 4.4. Nátrium-tioszulfát-oldat; 0,1 mol/dm<sup>3</sup>
- 4.5. Keményítőoldat: 5 g oldható keményítőt eldörzsölünk 30 cm<sup>3</sup> vízzel, és a kapott keményítőtejet 1 dm<sup>3</sup> forró vízbe öntjük. Három percig forraljuk, lehűtjük és – ha szükséges – konzerválószerként adjunk hozzá 10 mg higany-jodidot.
- 4.6. Kénsav, 3 mol/dm<sup>3</sup>.
- 4.7. Kálium-jodid-oldat; 30% (m/v).
- 4.8. Forrkő; sósavban forralva, vízzel savmentesre mosva és megszártva.
- 4.9. Izopentanol
- 4.10. Nátrium-hidroxid; 0,1 mol/dm<sup>3</sup>.
- 4.11. Sósav; 0,1 mol/dm<sup>3</sup>.
- 4.12. Fenoltalein-oldat; 1% (m/v), etanolban.

5. Eszközök
- 5.1. Erlenmeyer-lombik, 300 cm<sup>3</sup>-es, visszafolyó hűtővel felszerelve.
- 5.2. Stopperóra
6. A vizsgálat módja
- 6.1. A Luff-Schoorl reagens titrálása.
- 6.1.1. 25 cm<sup>3</sup> Luff-Schoorl reagenshez (4.3.) hozzáadunk 3 g kálium-jodidot (4.7.) és 25 cm<sup>3</sup> 3 mól/dm<sup>3</sup>-es kénsavat (4.6.). A 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es nátrium-tioszulfát-oldattal (4.4.) titráljuk, keményítőoldatot (4.5.) használva indikátorként. Az indikátort a titrálás vége felé adjuk az elegyhez. Ha a fogyott 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es nátrium-tioszulfát-oldat térfogata nem 25 cm<sup>3</sup>, a reagenst újból készítjük.
- 6.1.2. 10 cm<sup>3</sup> Luff-Schoorl reagenst 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba pipettázunk és vízzel jelig töltjük. A hígított reagensből 10 cm<sup>3</sup>-t pipettázunk a 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es sósavból (4.11.) 25 cm<sup>3</sup>-t tartalmazó Erlenmeyer-lombikba és forrásban lévő vízfürdőn 1 órán át melegítjük. Lehűtjük, frissen forralt vízzel eredeti térfogatig töltjük és 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es nátrium-hidroxiddal (4.10.) titráljuk fenolftalein indikátor (4.12.) jelenlétében. A felhasznált 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es nátrium-hidroxid térfogatának 5,5 és 6,5 cm<sup>3</sup> között kell lennie.
- 6.1.3. A hígított reagens (6.1.2.) 10 cm<sup>3</sup>-ét titráljuk 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es sósavval (4.11.) fenolftalein indikátor (4.12.) jelenlétében. Az átcsapási pontot az ibolyaszín eltűnése jelzi. A felhasznált 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es sósav (4.11.) térfogatának 6,0-és 7,5 cm<sup>3</sup> között kell lennie.
- 6.1.4. A Luff-Schoorl reagens pH-ja 9,3–9,4 legyen 20 °C-on.
- 6.2. Az mintaoldat készítése
- 6.2.1. 1 mg pontossággal lemérünk 5 g mintát és 200 cm<sup>3</sup> vízzel veszteségmentesen 250 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba visszük. Derítjük – ha szükséges – 5 cm<sup>3</sup> Carrez I. oldat (4.1.) és 5 cm<sup>3</sup> Carrez II. oldat (4.2.) hozzáadásával. A reagensek hozzáadása után mindig jól összekeverjük. Vízzel jelig töltjük, szűrjük.
- 6.2.2. Hígítjuk az oldatot (6.2.1.) úgy, hogy 25 cm<sup>3</sup> hígított oldat 15–60 mg redukálócukrot tartalmazzon, glükózban kifejezve.
- 6.3. Titrálás Luff-Schoorl módszer szerint. A Luff-Schoorl reagensből (4.3.) pipettázunk 25 cm<sup>3</sup>-t a 300 cm<sup>3</sup>-es Erlenmeyer lombikba. Ugyanoda pipettázunk még 25 cm<sup>3</sup> cukoroldatot (6.2.) és két darabka forrkövet (4.8.) adunk hozzá. Szereljük fel visszafolyó hűtővel (5.1.) és késedelem nélkül – Bunsen égő felett – azbeszt dróthálóra helyezzük. Az azbeszt dróthálóban a lombik alja átmérőjének megfelelő kivágás legyen. A lombik tartalmát két perc alatt forrásig melegítjük, és pontosan 10 percre lassú forrásban tartjuk. Hideg víz alatt gyorsan lehűtjük, és 5 perc után az alábbiak szerint titráljuk: Hozzáadunk 10 cm<sup>3</sup> kálium-jodid-oldatot (4.7.) és a habzás elkerülése végett óvatosan 25 cm<sup>3</sup> 3 mól/dm<sup>3</sup>-es kénsavat (4.6.). 0,1 mól/dm<sup>3</sup>-es nátrium-tioszulfát-oldattal (4.4.) titráljuk, amíg az oldat színe majdnem teljesen eltűnik, akkor néhány cm<sup>3</sup> keményítőoldatot (4.5.) adunk hozzá és folytatjuk a titrálást addig, amíg a kék szín teljesen eltűnik. Vakpróbát is végzünk, 25 cm<sup>3</sup> vizet használva 25 cm<sup>3</sup> cukoroldat (6.2.2.) helyett.
7. Az eredmények kiszámítása  
Az alábbi táblázatból megállapítjuk (ha szükséges, interpolálva) az invertcukor, illetve glükóz tömegét mg-ban, a két titrálás fogyásának különbsége alapján, a 0,1 mol/dm<sup>3</sup>-es nátrium-tioszulfát-oldat cm<sup>3</sup>-ében kifejezve. Az eredményt invertcukorban vagy d-glükózban fejezzük ki, tömeg %-ban, (m/m), szárazanyagra számítva adjuk meg.
8. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,2 cm<sup>3</sup> lehet.



## 9. Megjegyzés

A kénsav hozzáadása előtt kis mennyiségű izopentanol (4.9.) adható az elegyhez, a habzás csökkentése céljából.

A mért fogyáskülönbségnek megfelelő redukálócukor mennyiség a Luff-Schoorl módszernél

0,1 mol/dm <sup>3</sup> Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fogyáskülönbség cm <sup>3</sup>	Glükóz vagy invert cukor mg	Különbség mg	0,1 mol/dm <sup>3</sup> Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> fogyáskülönbség cm <sup>3</sup>	Glükóz vagy invert cukor mg	Különbség mg
1	2,4	–	11	27,6	2,6
2	4,8	2,4	12	30,3	2,7
3	7,2	2,4	13	33,0	2,7
4	9,7	2,5	14	35,7	2,7
5	12,2	2,5	15	38,5	2,8
6	14,7	2,5	16	41,3	2,8
7	17,2	2,5	17	44,2	2,9
8	19,8	2,6	18	47,1	2,9
9	22,4	2,6	19	50,0	2,9
10	25,0	2,6	20	53,0	3,0

## 7. MÓDSZER

## Redukálócukor-tartalom meghatározása invertcukorban kifejezve

(Lane-Eynon állandó térfogatú módszer)

## 1. Alkalmazási terület

A módszerrel invertcukorban kifejezett redukálócukor-tartalmat határozunk meg:

- cukoroldatban,
- fehér cukoroldatban,
- invertcukoroldatban,
- fehér invertcukoroldatban,
- invertcukorszirupban
- fehér invertcukorszirupban.

## 2. Fogalom meghatározás

„Az invertcukorban kifejezett redukálócukor-tartalom” redukálócukor-tartalom az alábbiakban részletezett módszer szerint meghatározva és invertcukorban kifejezve vagy számítva.

## 3. A módszer elve

A minta oldatát metilénkék indikátor mellett forrásponton Fehling-oldattal titráljuk.

## 4. Vegyszerek

## 4.1. Fehling-oldat:

4.1.1. A oldat: 69,3 g réz(II)-szulfátot (CuSO<sub>4</sub> · 5H<sub>2</sub>O) 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban vízben oldunk, jelig feltöltjük.

4.1.2. B oldat: 346,0 kálium-nátrium-tartarátot (KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub> · 4H<sub>2</sub>O) és 100,0 g nátrium-hidroxidot 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban vízben oldunk. Ha az oldat üledékes, meg kell szűrni.

Megjegyzés: mindkét oldatot sötét üvegben kell tárolni.

4.2. Nátrium-hidroxid-oldat, 1 mol/dm<sup>3</sup>.

4.3. Invertcukor-standardoldat: 23,750 g tiszta szacharózt kb. 120 cm<sup>3</sup> vízben, 250 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban oldunk, hozzáadunk 9 cm<sup>3</sup> sósavat (ρ=1,16) és szobahőmérsékleten állni hagyjuk nyolc napig. A 250 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikot jelig töltjük és polariméterrel vagy szachariméterrel 200 mm-es csőben ellenőrizzük a hidrolízis befejezését, amelynél a mért értéknek – 11,80 °Z ±0,05 °Z-nek kell lennie. (lásd: Megjegyzés).

Ennek az oldatnak 200 cm<sup>3</sup>-ét pipetázzuk egy 2000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba. Vízzel hígítjuk és rázás közben hozzáadunk 71,4 cm<sup>3</sup> nátrium-hidroxid-oldatot (1 mol/l-es) (4.2.), majd 4 g benzooesavat. A 2000 cm<sup>3</sup>-es lombikban jelig töltjük, hogy 1 g/100 cm<sup>3</sup>-es invertcukoroldatot kapjunk. Az oldat pH-jának kb. 3-nak kell lennie. A stabil oldatot közvetlenül felhasználás előtt kell hígítani. Ahhoz, hogy 0,25 g/100 cm<sup>3</sup> invertcukoroldatot kapjunk, jelig töltünk egy 250 ml-es lombikot az 1 g/100 cm<sup>3</sup>-es invertcukoroldattal 20 °C-on, majd ennek a mérőlombiknak a tartalmát átmoszuk egy 1000 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba, és vízzel jelig töltjük.

4.4. Metilénkék-oldat, 1 g/100 cm<sup>3</sup>.

5. Eszközök
- 5.1. Szűknyakú Erlenmeyer-lombik, 500 cm<sup>3</sup>-es.
- 5.2. Büretta, 50 cm<sup>3</sup>-es; 0,05 cm<sup>3</sup> beosztású.
- 5.3. Pipetták, 20, 25 és 50 cm<sup>3</sup>-esek.
- 5.4. Mérőlombikok; 250, 1000 és 2000 cm<sup>3</sup>-esek.
- 5.5. Fűtőeszköz a forraláshoz, – a 6.1. pontban leírtak szerint, – amely lehetővé teszi a titrálás végpontjának megfigyelését anélkül, hogy a hőforrástól elmozdítanánk a forraló lombikot (5.1.).
- 5.6. Stopperóra, legalább 1 sec. pontossággal.
6. A vizsgálat módja
- 6.1. A Fehling-oldat beállítása.
- 6.1.1. 50 cm<sup>3</sup>-t a B oldatból (4.1.2.) és 50 cm<sup>3</sup>-t az A oldatból (4.1.1.) pipetázzunk tiszta, száraz főzőpohárba, és jól keverjük össze.
- 6.1.2. A bürettát 0,25%-os (0,25 g/100 cm<sup>3</sup>) invertcukor-standardoldattal (4.3.) öblítsük át, és töltsük fel.
- 6.1.3. Az A és B oldatok (6.1.1.) keverékéből 20 cm<sup>3</sup>-t pipetázzunk a szűknyakú Erlenmeyer lombikba (5.1.) és adjunk hozzá 15 cm<sup>3</sup> vizet. A bürettából adagoljunk 39 cm<sup>3</sup> invertcukoroldatot, adjunk hozzá kis mennyiségű forrkövet, és óvatosan, körkörös mozdulatokkal keverjük össze.
- 6.1.4. Forrásig melegítjük, és pontosan két percen át forraljuk. A lombikot a hőforrástól elmozdítani nem lehet, és ügyeljünk arra, hogy a vizsgálat során a forrás ne szűnjön meg. A két perc forralás végén hozzáadunk 3–4 csepp metilénkék-oldatot (4.4.): az elegynek határozottan kéknek kell lennie.
- 6.1.5. Folytatjuk a beállítást: kis adagokban invertcukor-standardoldatot adunk hozzá bürettából, eleinte 0,2 cm<sup>3</sup>-enként, később 0,1 cm<sup>3</sup>-enként és végül cseppenként, a végpont eléréséig. Ezt a kék szín teljes eltűnése jelzi. Az oldat színe pirosasra változik a réz(I)-oxid jelenléte miatt.
- 6.1.6. A végpontot el kell érni az oldat forrásának kezdetétől számított 3. perc végére. A titráláshoz fogyott oldat térfogatának (V<sub>0</sub>) 39,0 és 41,0 cm<sup>3</sup> közt kell lennie. Ha a V<sub>0</sub> térfogat a határokon kívül esik, a Fehling-oldat (4.1.1.) rézkoncentrációját korrigálni kell, és a beállítási folyamatot meg kell ismételni.
- 6.2. A mintaoldatok előkészítése: A vizsgált mintaoldatok koncentrációjának 250 és 400 mg invertcukor/100 cm<sup>3</sup> között kell lennie.
- 6.3. Elővizsgálat
- 6.3.1. Az elővizsgálat célja annak a vízmenységnek a meghatározása, amelyet az A és B oldatok keverékének 20 cm<sup>3</sup>-éhez hozzáadva a titrálás utáni térfogat 75 cm<sup>3</sup> lesz. A 6.1.4. pontban leírt vizsgálatlal azonosan hajtjuk végre, azzal a különbséggel, hogy az invert-cukor-standardoldat helyett a mintaoldatot használjuk, azaz bürettából a lombikba engedett mintaoldat térfogata: 25 cm<sup>3</sup>. A hozzáadott víz mennyisége 15 cm<sup>3</sup>, az oldatot két percig forraljuk, és a titrálást a 6.1.5. pont szerint a végpontig végezzük.
- 6.3.2. Ha a metilénkék-oldat hozzáadása után a pirosas szín megmarad, a mintaoldat koncentrációja túl nagy. Ebben az esetben a vizsgálatot félbeszakítjuk, és megismételjük kisebb koncentrációjú mintaoldatot használva. Ha a mintaoldatból több mint 50 cm<sup>3</sup> szükséges ahhoz, hogy a pirosas színt elérjük, nagyobb koncentrációjú mintaoldatot kell használni. Számítsuk ki a hozzáadott vízmennyiséget, levonva a kevert Fehling-oldat térfogatát (20 cm<sup>3</sup>) és a mintaoldat térfogatát 75 cm<sup>3</sup>-ből.
- 6.4. A mintaoldat vizsgálata
- 6.4.1. Pipetázzunk a forraló lombikba 20 m<sup>3</sup> kevert Fehling oldatot és azt a vízmennyiséget, amit a 6.3. pont szerint határoztunk meg.
- 6.4.2. Bürettából adagoljunk a mintaoldatból a 6.3. pont megfigyelt fogyásnál 1 cm<sup>3</sup>-el kevesebbet. Néhány forrkövet adunk hozzá, körkörös mozdulatokkal keverjük a lombik tartalmát, felforraljuk és titráljuk, mint korábban (6.3.). A végpontot a metilénkék-oldat hozzáadásától számított egy perc alatt el kell érni.  
A végső fogyás = V<sub>1</sub>.

## 7. Az eredmények kiszámítása

A minta redukálócukor tartalmát invertcukorban kifejezve, az alábbi képlettel számítjuk ki:

$$\text{Redukálócukor, \% -ban (invertcukorban)} = V_0 \cdot 25 \cdot \frac{f}{C_0 \cdot V_1}$$

ahol:

$C_0$  = a vizsgált mintaoldat koncentrációja, g/100 cm<sup>3</sup>-ben;

$V_0$  = invertcukor standardoldat titrálásnál fogyott térfogata cm<sup>3</sup>-ben;

$V_1$  = a vizsgált mintaoldat térfogata cm<sup>3</sup>-ben, ami a minta vizsgálatánál, a 6.4.2. pont szerint fogyott;

$f$  = korrekciós faktor, mellyel figyelembe vesszük a vizsgált mintaoldat szacharóz tartalmát.

Az értékeket az alábbi táblázat mutatja:

Szacharóz (g-ban) a forralt elegyben	Korrekciós faktor
0	1,000
0,5	0,982
1,0	0,971
1,5	0,962
2,0	0,954
2,5	0,946
3,0	0,939
3,5	0,932
4,0	0,926
4,5	0,920
5,0	0,915
5,5	0,910
6,0	0,904
6,5	0,898
7,0	0,893
7,5	0,888
8,0	0,883
8,5	0,878
9,0	0,874

A vizsgált mintaoldat szacharóztartalmának megfelelő faktort a táblázatból interpolálással számíthatjuk ki.

Megjegyzés: A szacharóz hozzávetőleges koncentrációja úgy határozható meg, hogy az invertcukor becsült koncentrációját levonjuk (ebben a becslésben  $f = 1,0$ ) a szacharózban kifejezett összes oldott szárazanyagtartalomból, amit az oldat törésmutatója alapján a jelen előírás harmadik módszerével határozhatunk meg.

## 8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb a középérték 1,0%-a lehet.

## 9. Megjegyzés:

2,889-el osztjuk, hogy átszámítsuk az „°Z”-ot polariméter szögfok értékre 200 mm hosszú polarimétercső, nátriumgőzlámpa fény-forrás és 20 °C-hoz közeli hőmérsékletű helyiség esetén.

**8. MÓDSZER****Dextróz-ekvivalens meghatározása**

(Lane–Eynon állandó térfogatú módszer)

## 1. Alkalmazási terület

A módszerrel dextróz-ekvivalenst határozunk meg:

- glükózszirupban,
- szárított glükózszirupban,
- dextróz monohidrátnban
- vízmentes dextróznban.

2. Fogalommeghatározás
- 2.1. „Redukálóképesség”: redukálócukor-tartalom, az alábbi módszer szerint meghatározva tömeg %-ban megadva, vízmentes dextrózban (d-glükózban) kifejezve, eredeti anyagra számítva.
- 2.2. „Dextróz-ekvivalens”: redukálóképesség, tömeg %-ban megadva, szárazanyagra számítva.
3. A módszer elve  
A vizsgálandó oldatot pontosan meghatározott körülmények között metilénkék indikátort használva, forráspontján Fehling-oldattal titráljuk.
4. Vegyszerek
- 4.1. Fehling-oldat:
  - 4.1.1. A oldat: 69,3 g réz(II)-szulfátot ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) 1000  $\text{cm}^3$ -es mérőlombikban vízben oldunk, jelig töltjük.
  - 4.1.2. B oldat: 346,0 g kálium-nátrium-tartarátot ( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) és 100,0 g nátrium-hidroxidot 1000  $\text{cm}^3$ -es mérőlombikban vízben oldunk, jelig töltjük.  
Megjegyzés: Mindkét oldatot (4.1.1. és 4.1.2.) sötét üvegben kell tárolni.
  - 4.1.3. Fehling-oldatkeverék készítése: 50  $\text{cm}^3$ -t a B oldatból (4.1.2.) és 50  $\text{cm}^3$ -t az A oldatból (4.1.1.) tiszta, száraz főzőpohárba pipettázunk és jól összekeverünk.  
Megjegyzés: A Fehling-oldatkeveréket nem szabad tárolni, minden nap frissen kell készíteni és beállítani.
- 4.2. Vízmentes dextróz (d-glükóz) ( $\text{C}_6\text{H}_{12}\text{O}_6$ ). Használat előtt vákuum-száritószekrényben 4 órán át szárítjuk  $100 \pm 1$  °C-on és kb. 10 kPa (103 mbar) belső nyomásnál.
- 4.3. Dextróz-standardoldat: 0,600 g/100  $\text{cm}^3$ . 0,6 g vízmentes dextrózt (4.2.) 0,1 mg pontossággal bemérünk, vízben oldjuk, átmoszuk egy 100  $\text{cm}^3$ -es mérőlombikba (5.4.), jelig töltjük és összekeverjük. Az oldatot használat előtt mindig frissen készítjük.
- 4.4. Metilénkék-oldat: 0,1 g/100  $\text{cm}^3$ . 0,1 g metilénkék indikátort 100  $\text{cm}^3$  vízben oldunk.
5. Eszközök
- 5.1. Szűknyakú Erlenmeyer-lombik, 250  $\text{cm}^3$ -es.
- 5.2. Büretta 50  $\text{cm}^3$ -es, 0,05  $\text{cm}^3$ -es beosztással.
- 5.3. Egyjelű pipetták, 25 és 50  $\text{cm}^3$ -esek.
- 5.4. Mérőlombikok, 100 és 500  $\text{cm}^3$ -esek.
- 5.5. Melegítő eszköz a forraláshoz, – a 6.1. pontban leírtak szerint, – amely lehetővé teszi a titrálás végpontjának megfigyelését anélkül, hogy a forraló lombikot elmozdítanánk a hőforrástól (lásd: 6.1.3. megjegyzést).
- 5.6. Stopperóra, legalább 1 sec. beosztással.
6. A vizsgálat módja
- 6.1. A Fehling-oldat beállítása.
  - 6.1.1. 25  $\text{cm}^3$  Fehling-oldatot (4.1.3.) a tiszta, száraz, szűknyakú Erlenmeyer-lombikba (5.1.) pipettázunk.
  - 6.1.2. Megtöltjük a bürettát (5.2.) dextróz-standardoldattal (4.3.) és a meniszkuszt a 0-pontra állítjuk be.
  - 6.1.3. 18  $\text{cm}^3$  dextróz-standardoldatot (4.3.) a bürettából az Erlenmeyer-lombikba engedünk. Körkörösén mozgatva keverjük a lombik tartalmát.
  - 6.1.4. A lombikot melegítő eszközre (5.5.) helyezük, előzetesen beállítva azt úgy, hogy a forrás  $120 \pm 15$  másodperc alatt elkezdődjön. Továbbiakban a melegítő eszközt az egész titrálási idő alatt (lásd: 1. megj.) így beállítva hagyjuk.
  - 6.1.5. A forrás kezdetekor elindítjuk a stopperórát.
  - 6.1.6. A lombik tartalmát 120 másodpercig forraljuk, a stopperórával mérve az időt. Az idő vége felé hozzáadjuk a metilénkék-oldatot (4.4.)
  - 6.1.7. 120 másodperces forralás után (stopperórával mérve) a bürettából (6.1.2.) elkezdjük a lombikba (5.1.) adagolni a dextróz-standardoldatot 0,5  $\text{cm}^3$ -enként, amíg a metilénkék színe eltűnik (lásd: 2. és 3. megjegyzést). Feljegyezzük a hozzáadott dextróz-standardoldat fogyását, az utolsó előtti 0,5  $\text{cm}^3$ -es adagot is beleértve ( $X \text{ cm}^3$ ).
  - 6.1.8. Megismételjük 6.1.1. és 6.1.2. pontokban leírtakat.
  - 6.1.9. A bürettából a lombikba (5.1.) adagoljuk a ( $X - 0,3$ )  $\text{cm}^3$ -nek megfelelő térfogatú dextróz-standardoldatot.
  - 6.1.10. Megismételjük a 6.1.4., 6.1.5 és 6.1.6. pontokban leírtakat.
  - 6.1.11. 120 másodperces forralás után (stopperórával mérve), kezdjük a lombikba (5.1.) adagolni a dextróz-standardoldatot a bürettából, eleinte 0,2  $\text{cm}^3$ -enként és végül cseppenként, amíg a metilénkék színe eltűnik. A titrálás végső stádiumában a dextróz-standardoldat két egymást követő adagolása között 10–15 másodpercnek kell eltelnie. Az adagolásnak 60 másodpercen keresztül be kell fejeződnie, hogy a forralás teljes ideje ne legyen több, mint 180 másodperc. Esetleg harmadik titrálás is szükségessé válhat, kissé nagyobb adagot alkalmazva a dextróz-standardoldatból (6.1.9.) ahhoz, hogy ezt elérjük.

- 6.1.12. Feljegyezzük a titrálásban fogyott dextróz-standardoldat térfogatát ( $V_0$  cm<sup>3</sup>), (lásd: 4. Megjegyzést).
- 6.1.13. A dextróz-standardoldat (4.3.) ( $V_0$ ) térfogatának 19 és 21 cm<sup>3</sup> között kell lennie. Ha a térfogat ezeken a határokon kívül esik, a Fehling-oldat (4.1.3.) koncentrációját módosítani kell és a beállítását meg kell ismételni.
- 6.1.14. A kevert Fehling-oldat napi beállításához, mivel  $V_0$  pontosan ismert, egyetlen titrálás elegendő, a ( $V_0-0,5$ ) cm<sup>3</sup> dextróz-standardoldat kezdeti adagolásával.
1. Megjegyzés: Ez biztosítja, hogy a forralás kezdetétől intenzív és folytonos legyen a párolgás az egész titrálási folyamat alatt, megelőzve a levegő bejutását a titráló lombikba, s így megakadályozva az oxidációt.
  2. Megjegyzés: A metilénkék színének eltűnése legjobban az elegy habján látható, mivel az mentes a piros réz(I)-oxid üledéktől. A szín eltűnése legkönnyebben szórt világításnál érzékelhető. A titráló lombik mögött elhelyezett fehér háttér is előnyös.
  3. Megjegyzés: Vizsgálat közben a bürettát óvni kell a melegtől.
  4. Megjegyzés: Mivel az eredmény az emberi tényezőn is múlik, minden vizsgálónak saját beállítást kell végeznie és saját  $V_0$ -értéket kell használnia az eredmény kiszámításánál (7.1.).
- 6.2. Az előkészített minta elővizsgálata
- 6.2.1. Elővizsgálatot akkor kell végezni, ha nem ismert a minta redukálóképessége. Az eredményből számítható a vizsgálathoz bemérendő mintamennyiség (6.3.). Az elővizsgálatot a következőképpen végezzük.
- 6.2.2. 2% (m/v) koncentrációjú minta-oldatot készítünk: „Z” a becsült bemérendő mintamennyiség.
- 6.2.3. Úgy, mint a 6.1.2. pontban a minta-oldatot (6.2.2.) használva a dextróz-standardoldat helyett.
- 6.2.4. A 6.1.1. pont szerint.
- 6.2.5. A 6.1.3. pont szerint, 10 cm<sup>3</sup> mintaoldatot használva a 18,0 cm<sup>3</sup> dextróz-standardoldat helyett.
- 6.2.6. A 6.1.4. pont szerint.
- 6.2.7. A lombik tartalmát forrásig melegítjük. Hozzáadunk 1 cm<sup>3</sup> metilénkék-oldatot (4.4.).
- 6.2.8. A forralás kezdetétől indítjuk a stopperórát (5.6.) és elkezdjük adagolni a mintaoldatot a bürettából a lombikba 1,0 cm<sup>3</sup>-es adagokban, 10 másodpercenként, addig, amíg a metilénkék színe átcsap. Feljegyezzük a hozzáadott mintaoldat teljes térfogatát, beleértve az utolsó előtti adagot is ( $Y$  cm<sup>3</sup>).
- 6.2.9. „Y” nem lehet több, mint 50 cm<sup>3</sup>. Ha igen, a mintaoldat koncentrációját növeljük és a titrálást megismételjük.
- 6.2.10. Az előkészített minta hozzávetőleges redukálóképességét tömeg %-ban, az alábbiak szerint számítjuk ki:

$$\frac{60 \cdot V_0}{Y \cdot Z}$$

- 6.3. A vizsgálati minta bemérése  
0,1 mg pontossággal bemérünk az előkészített mintából annyit, hogy 2,85–3,15 g redukálócukrot tartalmazzon vízmentes dextrózban (d-glükóz) kifejezve, vagy a redukálóképesség (2.1.) hozzávetőleges értéke, vagy a 6.2.10. pont szerint kapott hozzávetőleges mennyiség alapján.
- 6.4. A minta-oldat készítése  
A bemért mintát vízben oldjuk és 500 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikban jelig töltjük.
- 6.5. Meghatározás
- 6.5.1. A 6.1.1. pont szerint.
- 6.5.2. A bürettát (5.2.) a vizsgált oldattal (6.4.) megtöltjük és a meniszkuszt 0-pontra beállítjuk.
- 6.5.3. 18,5 cm<sup>3</sup> vizsgált oldatot a bürettából Erlenmeyer-lombikba engedünk. Körkörös mozdulatokkal megkeverjük a lombik tartalmát.
- 6.5.4. A 6.1.4. pont szerint.
- 6.5.5. A 6.1.5. pont szerint.
- 6.5.6. A 6.1.6. pont szerint.
- 6.5.7. A 6.1.7. pont szerint, a mintaoldatot használva a dextróz-standardoldat helyett.
- 6.5.8. A 6.1.8. pont szerint.
- 6.5.9. A 6.1.9. pont szerint a mintaoldatot használva a dextróz-standardoldat helyett.
- 6.5.10. A 6.1.10. pont szerint.
- 6.5.11. A 6.1.11. pont szerint, a vizsgált oldatot használva a dextróz-standardoldat helyett.
- 6.5.12. Feljegyezzük a titrálás végpontjáig fogyott mintaoldat térfogatát:  $V_1$ .
- 6.5.13.  $V_1$  térfogata 19 és 21 cm<sup>3</sup> között kell hogy legyen. Ha a  $V_1$  térfogat ezeken a határokon kívül esik, a mintaoldat koncentrációját módosítani kell, és a 6.5.1.-től a 6.5.12.-ig a vizsgálat műveleteit meg kell ismételni.

6.5.14. Azonos mintaoldattal két párhuzamos meghatározást végzünk.

6.6. Szárazanyagtartalom: Az előkészített minta szárazanyagtartalmát a 2. módszer szerint határozzuk meg.

7. Az eredmények kiszámítása

7.1. Redukálóképesség (rp)

A redukálóképességet tömeg %-ban, eredeti mintára vonatkoztatva a következő képlettel számítjuk ki:

$$rp = \frac{300 \cdot V_0}{V_1 \cdot m}$$

ahol:

$V_0$  = a beállítási titrálásnál felhasznált dextróz-standardoldat (4.3.) térfogata  $\text{cm}^3$ -ben;

$V_1$  = a vizsgálati titrálásnál (6.5.) felhasznált mintaoldat (6.4.) térfogata  $\text{cm}^3$ -ben;

$m$  = a vizsgált minta tömege (6.3.), melyet az  $500 \text{ cm}^3$  minta-oldat készítéséhez használtunk fel, g-ban.

7.2. Dextróz-ekvivalens:

A dextróz-ekvivalenst tömeg %-ban, a minta szárazanyagtartalmára vonatkoztatva következő képlettel számítjuk ki:

$$DR = rp \cdot \frac{100}{d}$$

ahol:

DE = dextróz-ekvivalens;

rp = a minta (7.1.) redukálóképessége tömeg %-ban;

d = a minta szárazanyagtartalma, tömeg %-ban.

7.3. Eredményként két meghatározás középértékét vesszük, amelyeknél az ismételhetőségre vonatkozó követelmény (8) teljesül.

8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb a középérték 1%-a lehet.

## 9. MÓDSZER

### Szulfáthamu-tartalom meghatározás

1. Alkalmazási terület

A módszerrel szulfáthamu-tartalmat határozzuk meg

- glükózsirupban,
- szárított glükózsirupban,
- dextróz monohidrátban,
- vízmentes dextrózban.

2. Fogalom meghatározás

„Szulfáthamu-tartalom”: a következőkben részletezett módszer szerint meghatározott szulfáthamu tartalom.

3. A módszer elve

A vizsgált minta maradékának tömegét  $525 \text{ }^\circ\text{C}$ -on, kénsav jelenlétében végzett hamvasztás után határozzuk meg, és a bemért minta tömeg %-ában adjuk meg.

4. Vegyszerek

4.1. Kénsav, hígított oldat: lassan és óvatosan hozzáadunk  $100 \text{ cm}^3$  koncentrált kénsavat (sűrűség  $20 \text{ }^\circ\text{C}$ -on:  $1,84 \text{ g/cm}^3$ ;  $96\% \text{ m/m}$ )  $300 \text{ cm}^3$  vízhez, keverve és hűtve.

5. Eszközök

5.1. Tokos elektromos kemence,  $525 \text{ }^\circ\text{C} \pm 25 \text{ }^\circ\text{C}$ -os hőmérsékleten.

5.2. Analitikai mérleg  $0,1 \text{ mg}$  pontossággal.

5.3. Platina vagy kvarc hamvasztótégely megfelelő méretű.

5.4. Exsikkátor, mely frissen aktivált szilikagél, vagy egyenértékű szárító hatású anyagot, valamint víztartalom indikátort tartalmaz.

6. A vizsgálat módja  
Hevítsük a tégelyt (5.3.) a hamvasztási hőmérsékletig, hűtsük exsikkátorban, majd mérjük meg. Mérjük 0,1 mg pontossággal 5 g glükózsirupot, vagy szárított glükózsirupot, illetve 10 g dextróz monohidrátot vagy vízmentes dextrózt a tégelybe. Adjunk hozzá 5 cm<sup>3</sup> kénsav-oldatot (4.1.) (lásd: Megjegyzés 9.1. pontját), és óvatosan hevítjük a mintát láng fölött vagy főzőlapon, amíg az teljesen elszenesedik. Az elszenesítést, ami alatt a gőzök kiégnek a mintából (lásd: a megjegyzés 9.2. pontját) elszívó-fülkében végezzük. Helyezzük a tégelyt (5.3.) a tokos kemencébe (5.1.), hevítjük azt 525 °C ±25 °C-on, amíg fehér hamut nem kapunk. Ez átlagosan két órát vesz igénybe (lásd: a megjegyzés 9.3. pontját). Hagyjuk a mintát kb. 30 percig exsikkátorban (5.4.) hűlni, majd mérjük meg.
7. Az eredmények kiszámítása  
A szulfáthamu-tartalom a vizsgált minta tömeg %-ában a következő képlettel számítható:

$$S = \frac{m_1}{m_0} \cdot 100$$

ahol:

$m_1$  = a hamu tömege g-ban,

$m_0$  = a vizsgált minta tömege g-ban.

8. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb a középérték 2%-a lehet.
9. Megjegyzés
- 9.1. A kénsavat kis adagokban kell hozzáadni, hogy elkerüljük a túlzott habzást.
- 9.2. Minden óvintézkedést meg kell tenni az első elszenesítés alatt, hogy megelőzzük a mintának vagy a hamunak a túlzott felhabzás miatt fellépő veszteségét.
- 9.3. Ha a mintát nehéz teljesen elhamvasztani (vagyis fekete részek maradnak), a tégelyt ki kell venni a tokos kemencéből, a maradékot – lehűtés után – néhány csepp vízzel nedvesítjük, majd visszatesszük a kemencébe.

## 10. MÓDSZER

### Polarizáció meghatározás

1. Hivatkozás  
ICUMSA módszer. Forrás: 12. ICUMSA ülés 1958, 84. oldal; 13. ICUMSA ülés 1962, 83. oldal; 14. ICUMSA ülés 1966.
2. Alkalmazási terület  
A módszerrel a polarizációt határozzuk meg:  
– félféher cukorban,  
– cukorban vagy fehér cukorban,  
– finomított fehér cukorban.
3. Fogalommeghatározás  
A polarizáció a poláros fény síkjának elforgatása a 26 g cukor/100 cm<sup>3</sup> oldatban, 200 mm hosszú csőben.
4. A módszer elve  
A polarizációt szachariméter vagy polariméter segítségével határozzuk meg, a következő módszerben leírt módon.
5. Vegyszerek
- 5.1. Derítőszer: bázikus ólom-acetát-oldat.  
Adjunk 560 g száraz bázikus ólom-acetátot a kb. 1 dm<sup>3</sup> frissen forralt vízhez. Forraljuk a keveréket 30 percig, majd hagyjuk állni egy éjszakán át. Dekantáljuk a felső részt, majd hígítsuk frissen forralt vízzel, hogy 1,25 g/cm<sup>3</sup> sűrűséget kapjunk 20 °C-on. Védjük az oldatot a levegővel való érintkezéstől.
- 5.2. Dietil-éter
6. Eszközök
- 6.1. Szachariméter, melyet 26 g cukor normáltömegre kalibráltak vagy polariméter. Ezt a berendezést olyan helyen kell felállítani, ahol a hőmérsékletet 20 °C-hoz közel lehet tartani. Hitelesítsük az eszközt szabványos kvarclemezekkel.
- 6.2. Fényforrás: nátriumgőz lámpa.
- 6.3. Precíziós polarimétercső, a hosszúság 200 mm, az eltérés nem több ±0,02 mm-nél.
- 6.4. Analitikai mérleg 0,1 mg pontosságú.

- 6.5. Egyedileg hitelesített 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombik. Olyan lombik használható, amelynek a tényleges térfogata a 100±0,01 cm<sup>3</sup> tartományba esik. Azokat a lombikokat, melyek űrtartalma a fenti tűréshatáron kívül esik, csak megfelelő korrekció után szabad használni.
- 6.6. Vízfürdő, szabályozott hőmérsékletű, 20 ±0,1 °C-os.
7. A vizsgálat módja
- 7.1. Az oldat készítése
- Mérjünk le 26 ±0,002 g cukormintát, mossuk be a teljes mennyiséget kb. 60 cm<sup>3</sup> vízzel egy 100 cm<sup>3</sup>-es mérőlombikba (6.5.). Oldjuk fel körkörös mozdattal, melegítés nélkül.
- Ha derítés szükséges, adjunk hozzá 0,5 cm<sup>3</sup> ólom-acetát reagenst (5.1.). Keverjük az oldatot körkörös mozdattal; mossuk le a lombik falát, amíg a meniszkusz nem lesz kb. 10 mm-rel a kalibrációs jel alatt.
- Helyezzük a lombikot olyan vízfürdőbe (6.6.), amely 20 ±0,1 °C pontosságú hőmérséklet-szabályozóval rendelkezik és tartjuk ott, míg a cukoroldat hőmérséklete nem állandósul. Szüntessük meg a folyadék felszínén esetleg képződő buborékot egy csepp dietil-éterrel (5.2.). Töltsük fel a jelig vízzel. Dugaszoljuk be, és legalább háromszor felfordítva a lombikot keverjük össze alaposan. Hagyjuk öt percet állni.
- 7.2. A polarizáció meghatározása
- A hőmérsékletet az összes következő műveletben 20 ±1 °C-on kell tartani.
- 7.2.1. Végezzük el a mérőkészülék zérus-korrekcióját.
- 7.2.2. Szűrjük a mintát szűrőpapíron keresztül, a szűrlet első 10 cm<sup>3</sup>-ét külön felfogva és kiöntve. Gyűjtsük össze a szűrlet következő 50 cm<sup>3</sup>-ét.
- 7.2.3. A polarimétercsövet kétszer mossuk át a vizsgálandó mintaoldattal. (7.2.2.)
- 7.2.4. Töltsük be óvatosan a vizsgálandó mintaoldatot 20 ±1 °C-on.
- Távolítsuk el az összes légbuborékot, amikor a fedőveget a helyére csúsztatjuk. Helyezzük a töltött csövet a készülékbe.
- 7.2.5. Olvassuk le a forgatást 0,05 °Z vagy 0,02 szögfok pontossággal.
- Ismételjük meg a leolvasást még négyszer. Vegyük az öt leolvasás átlagát.
8. Az eredmények kiszámítása
- Az eredményt Z-fokban fejezzük ki, tized fokra kerekítve. A szögfokok átváltásánál Z-fokra a következő képletet használjuk:
- $$^{\circ}\text{Z} = \text{szögfok} \cdot 2,889$$
9. Ismételhetség
- Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett vizsgálatok 5 leolvasás átlagából számított eredményei közötti különbség legfeljebb a középérték 0,1%-a lehet.”



3. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez  
„32. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-79/1067 számú előírása a sűrített tej és tejporfélék vizsgálatáról**

#### **A rész**

1. A B részben felsorolt sűrített tej- és tejporfélék vizsgálatára a C részben leírt módszereket kell alkalmazni.
2. Ha azonos célra többféle módszer alkalmazható, ezek bármelyikével vizsgálhatunk. Az alkalmazott módszert a C rész szerint elkészített vizsgálati jegyzőkönyvben meg kell adni.

#### **B rész**

##### **Sűrített tej és tejporfélék vizsgálati módszereinek alkalmazási területe**

1. Bevezetés, általános előírások
2. Szárazanyag-tartalom meghatározás:
  - cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozatlan sűrített tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozatlan sűrített féلزsíros tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozatlan sűrített sovány tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozott sűrített tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozott sűrített féلزsíros tej (C rész, 1. módszer)
  - cukrozott sűrített sovány tej (C rész, 1. módszer)
3. Víz-tartalom meghatározás:
  - nagy zsírtartalmú tejpor (C rész, 2. módszer)
  - zsíros (teljes) tejpor (C rész, 2. módszer)
  - féلزsíros tejpor (C rész, 2. módszer)
  - sovány tejpor (C rész, 2. módszer)
4. Zsírtartalom meghatározás:
  - cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej (C rész, 3. módszer)
  - cukrozatlan sűrített tej (C rész, 3. módszer)
  - cukrozatlan sűrített féلزsíros tej (C rész, 3. módszer.)
  - cukrozatlan sűrített sovány tej (C rész, 3. módszer)
  - cukrozott sűrített tej (C rész, 3. módszer)
  - cukrozott sűrített féلزsíros tej (C rész, 3. módszer)
  - cukrozott sűrített sovány tej (C rész, 3. módszer)
  - nagy zsírtartalmú tejpor (C rész, 4. módszer)
  - zsíros (teljes) tejpor (C rész, 4. módszer)
  - féلزsíros tejpor (C rész, 4. módszer)
  - sovány tejpor (C rész, 4. módszer)
5. Szacharóz meghatározás:
  - cukrozott sűrített tej (C rész, 5. módszer)
  - cukrozott sűrített féلزsíros tej (C rész, 5. módszer)
  - cukrozott sűrített sovány tej (C rész, 5. módszer)
6. Tejsav és laktát meghatározás:
  - nagy zsírtartalmú tejpor (C rész, 6. módszer)
  - zsíros (teljes) tejpor (C rész, 6. módszer)
  - féلزsíros tejpor (C rész, 6. módszer)
  - sovány tejpor (C rész, 6. módszer)
7. Foszfát-aktivitás meghatározás:
  - nagy zsírtartalmú tejpor (C rész, 7. vagy 8. módszer)
  - zsíros (teljes) tejpor (C rész, 7. vagy 8. módszer)
  - féلزsíros tejpor (C rész, 7. vagy 8. módszer)
  - sovány tejpor (C rész, 7. vagy 8. módszer)

## C rész

### Sűrített tej és tejporfélék vizsgálati módszerei

Bevezetés, általános előírások

1. A minta előkészítése
  - 1.1. Cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej
    - Cukrozatlan sűrített tej
    - Cukrozatlan sűrített félzsíros tej
    - Cukrozatlan sűrített sovány tej

A lezárt dobozt összerázzuk és megforgatjuk. A dobozt kinyitjuk és a tejet lassan egy másik, légmentesen zárható edénybe töltjük át, majd ismételt áttöltögetéssel összekeverjük. Gondoskodjunk arról, hogy a doboz falán és alján tapadó zsír- és tejrészecskék a mintába kerüljenek. Az edényt lezárjuk.

Ha a tartalom nem homogén, akkor az edényt 40 °C hőmérsékletű vízfürdőn melegítjük, 15 percenként erősen megrázzuk. 2 óra múlva az edényt a vízfürdőről levesszük, szobahőmérsékletre hűtjük. A fedőt levesszük és az edény tartalmát kanállal, vagy spatulával alaposan összekeverjük (amennyiben a zsír kivált, a minta nem vizsgálható). Hűtve tároljuk.
  - 1.2. Cukrozott sűrített tej
    - Cukrozott sűrített félzsíros tej
    - Cukrozott sűrített sovány tej

Doboz: a lezárt dobozt vízfürdőben 30–40 °C-on kb. 30 percig melegítjük. A dobozt kinyitjuk és tartalmát kanállal vagy spatulával felfelé-, lefelé- és körkörös irányú mozgatással jól összekeverjük a felső és alsó rétegek elegyedése végett. Gondoskodjunk arról, hogy a doboz karimáján, falán és alján tapadó tejrészecskék a mintába jussanak. A doboz tartalmát amilyen gyorsan csak lehet, légmentesen záró fedéllel ellátott másik dobozba öntjük. Az edényt lezárjuk, és hidegen tároljuk.

Tubus: alját levágjuk, és tartalmát egy légmentesen záró fedéllel ellátott edénybe nyomjuk. Aztán a tubust hosszában is felvágjuk. Belsejéből az összes anyagot kikaparjuk, és a többivel gondosan összekeverjük. Az edényt hűtve tároljuk.
  - 1.3. Nagy zsírtartalmú tejpör
    - Zsíros (teljes) tejpör
    - Félzsíros tejpör
    - Sovány tejpör

A tejpört tiszta, száraz, légmentesen záródó fedővel ellátott edénybe töltjük. Az edény térfogata a pör térfogatának kétszerese legyen. Az edényt azonnal lezárjuk és a tejpört az edény ismételt rázásával és forgatásával alaposan összekeverjük. A minta előkészítése során amennyire csak lehet, kerüljük el, hogy a tejpör a levegővel érintkezzen, s ez által nedvességet vegyen fel.
2. Vegyszerek
  - 2.1. Víz
    - 2.1.1. Minden olyan esetben, amikor oldásra, hígításra vagy mosásra vizet használunk, az mindig desztillált vagy legalább azzal azonos minőségű, ionmentesített víz legyen.
    - 2.1.2. Minden olyan esetben, amikor „oldás” vagy „hígítás” minden további adat nélkül szerepel, mindig „vízben való oldást” vagy „vízzel való hígítást” kell értenünk.
  - 2.2. Tisztasági követelmény
    - Minden alkalmazott vegyszer analitikai tisztaságú legyen, hacsak nincs más kikötés.
3. Eszközök
  - 3.1. Készülékek és segédanyagok felsorolása
    - A módszereknél a felsorolás csak a speciális készülékeket és eszközöket tartalmazza.
  - 3.2. Analitikai mérleg, amelynek pontossága legalább 0,1 mg.
  4. Az eredmények kiszámítása
    - 4.1. A beltartalom kiszámítása
      - Ha nincs egyéb előírás, a laboratórium által számított eredményt mindig a minta tömegszázalékában adjuk meg.
    - 4.2. Az eredmény megadásának pontossága
      - Az eredményben nem szabad több tizedesjegyet megadni, mint amennyit az alkalmazott analitikai módszer pontossága megenged.

## 5. Vizsgálati jegyzőkönyv

A vizsgálati jegyzőkönyvben az analitikai módszereket és az eredményeket kell megadni. Kiegészítésként adjunk meg minden olyan részletet, amelyet a vizsgálati módszer nem ír elő, vagy választható és minden olyan körülményt, amely az eredményt befolyásolhatja.

A vizsgálati jegyzőkönyv tartalmazza a minta azonosításához szükséges összes adatot.

## 1. MÓDSZER

### Szárazanyag-tartalom meghatározás (szárítószekrényben 99 °C-on)

#### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ezzel a módszerrel a következő termékek szárazanyag-tartalmát határozzuk meg:

- cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej,
- cukrozatlan sűrített tej,
- cukrozatlan sűrített félzsíros tej,
- cukrozatlan sűrített sovány tej,
- cukrozott sűrített tej,
- cukrozott sűrített félzsíros tej,
- cukrozott sűrített sovány tej.

#### 2. Fogalommeghatározás

A sűrített tej szárazanyaga: az ezzel a módszerrel meghatározott szárazanyag.

#### 3. A módszer elve

A minta ismert mennyiségét vízzel hígítjuk, homokkal elkeverjük és  $99 \pm 1$  °C-on szárítjuk. A szárítás utáni tömeg a szárazanyag. A szárazanyagot a minta tömegszázalékában adjuk meg.

#### 4. Vegyszerek és segédanyagok

Kvarchomok vagy tengeri homok, sósavval kezelt (szemcsemérete: 0,18–0,5 mm, ez azt jelenti, hogy 500 mikronos szitaszöveten átesik, de 180 mikronos szitán fennmarad). Végezzük el a következő vizsgálatot:

Körülbelül 25 g homokot 2 órán keresztül szárítószekrényben (5.3.) a 6.1. és 6.3. pontokban leírtak szerint szárítsunk. Adjunk hozzá 5 ml vizet és szárítószekrényben 2 órán keresztül ismét szárítsuk, majd hűtsük le és még egyszer mérjük le. A két tömeg közötti különbség 0,5 mg-nál nem lehet több.

Ha szükséges, a homokot sósavoldattal (25%) 3 napig kezeljük, időnként megkeverjük. Vízzel mossuk sav-, illetve kloridmentesre. 160 °C-on szárítsuk, és a fentiek szerint újra vizsgáljuk meg.

#### 5. Eszközök

##### 5.1. Analitikai mérleg

5.2. Bemérőedény fémből, nikkelből, alumíniumból, rozsdamentes acélból, vagy üvegből. A bemérőedénynek jól záró, de gyorsan levehető fedele legyen.

Megfelelő méretek: átmérő 60–80 mm, mélység kb. 25 mm.

5.3. Szárítószekrény, atmoszférikus nyomású, jól szellőző,  $99 \pm 1$  °C-ra beállítható. A hőmérséklet az egész szekrényben azonos legyen.

5.4. Exszikkátor, nedvességindikátort tartalmazó, frissen aktivált szilikagéllal vagy azonos hatékonyságú szárító közeggel.

5.5. Üvegbot, az egyik végén lapos és olyan hosszú, hogy a bemérőedénybe (5.2.) beleférjen.

5.6. Vízfürdő, forrásban tartható.

#### 6. A vizsgálat menete

6.1. Körülbelül 25 g homokot (4) és egy rövid üvegbotot (5.5) a bemérőedénybe (5.2.) viszünk.

6.2. Az edényt (levett fedővel), a fedőt és a bemért homokot 2 órán keresztül szárítószekrényben (5.3.) szárítjuk.

6.3. A fedőt újra rátesszük, és a bemérőedényt az exszikkátorba helyezzük. Szobahőmérsékletre hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük ( $M_0$ )

6.4. A homokot az edény egyik oldalára döntjük. A szabad térbe a cukrozott sűrített tejből kb. 1,5 g-ot, a cukrozatlan sűrített tejből 3,0 g-ot adagolunk. A fedőt rátesszük, és 0,1 mg pontossággal lemérjük. ( $M_1$ ).

6.5. A fedőt levesszük, 5 ml vizet adunk hozzá és az üvegbot (5.5) segítségével keverjük össze előbb a folyadékokat, majd a homokot és a folyékony részt. A botot a keverékben hagyjuk.

6.6. A bemérőedényt forrásban lévő vízfürdőn (5.6.) tartjuk, amíg a víz el nem párolog. Ez általában 20 percig tart. A keveréket időnként üvegbottal megkeverjük, hogy az anyagot jól átszellőztessük, és hogy a szárítás alatt pogácsává ne álljon össze. Az üvegbotot a bemérőedényben hagyjuk.

6.7. Az edényt és a fedőt 1 óra 30 percre szárítószekrénybe helyezzük.

- 6.8. A fedőt újra rátesszük, és az edényt exszikkátorba (5.4.) helyezük, szobahőmérsékletre hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal lemérjük.
- 6.9. Az edényt kinyitjuk és fedelével együtt 1 órán át szárítószekrényben szárítjuk.
- 6.10. A munkafolyamatot a 6.8. pontban leírtak szerint ismétljük.
- 6.11. A 6.9 és 6.10. pontban leírt munkafolyamatot addig ismétljük, amíg két egymásutáni mérés közötti tömegkülönbség 0,5 mg-nál kisebb, vagy a tömeg nőni nem kezd. Tömegnövekedés esetén a számolásnál (7.) a legalacsonyabb tömegértéket vesszük figyelembe. A végleges tömeget  $M_2$ -vel jelöljük.
7. Az eredmények kiszámítása  
A minta tömegszázalékában megadott szárazanyag-tartalmát a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{M_2 - M_0}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

ahol:

$M_0$  = a bemérőedény, az üvegbot, a fedő és a homok együttes tömege g-ban a 6.3. művelet után,  
 $M_1$  = a bemérőedény, az üvegbot, a fedő, a homok és a minta tömege g-ban a 6.4. művelet után,  
 $M_2$  = a bemérőedény, az üvegbot, a fedő, a homok és a kiszáritott minta tömege g-ban a 6.11. művelet után.

- 7.1. A cukrozott sűrített tej tejszáranyagát megkapjuk, ha az összes szárazanyagból (C rész, 1. módszer) levonjuk a szacharózt (C rész, 5. módszer).
- 7.2. A cukrozott sűrített tej zsírmentes tejszáranyagát a következőképpen kapjuk meg: az összes szárazanyagtartalomból (C rész, 1. módszer) levonjuk a szacharóztartalmat (C rész, 5. módszer) és a zsírtartalmat (C rész, 3. módszer)
- 7.3. A cukrozatlan sűrített tej zsírmentes tejszáranyagát a következőképpen kapjuk meg: az összes szárazanyagból (C rész, 1. módszer) levonjuk a zsírtartalmat (C rész, 3. módszer).
8. Ismételhetség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,2 g szárazanyag/100 g termék lehet.

## 2. MÓDSZER

### Víztartalom meghatározás (szárítószekrényben 102 °C-on)

1. Tárgy és alkalmazási terület  
Ezzel a módszerrel határozzuk meg a következő termékek víztartalmát:
- nagy zsírtartalmú tejpor,
  - zsíros (teljes) tejpor,
  - félzsíros tejpor,
  - sovány tejpor.
2. Fogalommeghatározás  
Víztartalom: ezzel a módszerrel meghatározott, a szárítás során bekövetkezett tömegvesztés.
3. A módszer elve  
Szárítószekrényben  $102 \pm 1$  °C-on, atmoszférikus nyomáson, tömegállandóságig szárított minta tömegét határozzuk meg. A tömegvesztésüket a minta tömegszázalékában számítjuk.
4. Eszközök
- 4.1. Analitikai mérleg
- 4.2. Bemérőedény nikkelből, alumíniumból, rozsdamentes acélból vagy üvegből. Az edénynek jól záró, de gyorsan levehető fedele legyen. Megfelelő méretek: átmérő: 60–80 mm, mélység: kb. 25 mm.
- 4.3. Szárítószekrény, atmoszférikus nyomású, jól szellőző,  $102 \pm 1$  °C-ra beállítható. A hőmérséklet az egész szekrényben azonos legyen.
- 4.4. Exszikkátor, nedvességindikátort tartalmazó, frissen aktivált szilikagéllal vagy azzal azonos hatékonyságú szárítóanyaggal.

5. A vizsgálat menete
  - 5.1. A bemérőedényt (4.2.) levett fedővel körülbelül 1 órára szárítószekrénybe (4.3.) tesszük.
  - 5.2. Az edényre a fedelet rátesszük, és exszikkátorba (4.4.) helyezzük, szobahőmérsékletre hűtjük, és 0,1 mg pontossággal megmérjük. ( $M_0$ )
  - 5.3. Körülbelül 2 g tejpormintát az edénybe teszünk, az edényt a fedelével lefedjük, és 0,1 mg pontossággal gyorsan lemérjük ( $M_1$ )
  - 5.4. Az edényt levett fedővel 2 órára szárítószekrénybe helyezzük.
  - 5.5. Az edényt lefedjük, exszikkátorba helyezzük, és szobahőmérsékletre hűtjük. Lehülés után 0,1 mg pontossággal gyorsan lemérjük. ( $M_2$ )
  - 5.6. Az edényt levett fedővel 1 órán át szárítószekrényben szárítjuk.
  - 5.7. Az 5.5. pont alatt leírt műveletet megismételjük.
  - 5.8. Az 5.6. és 5.7. szerinti műveleteket addig ismételjük, amíg a két egymás utáni mérés tömege közötti különbség 0,5 mg-nál kisebb, vagy a tömeg nőni nem kezd. Ha tömegnövekedés lép fel, a számolásnál a legkisebb tömegértéket vesszük figyelembe (6.). A végleges tömeget  $M_2$ -vel jelöljük.
6. Az eredmények kiszámítása  
A minta tömegvesztését tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

ahol:

$M_0$  = a bemérőedény és a fedél tömege g-ban az 5.2. művelet után,

$M_1$  = a bemérőedény, a fedél, a minta tömege g-ban az 5.3. művelet után,

$M_2$  = a bemérőedény, a fedél és a kiszáritott minta tömege g-ban az 5.5. művelet után.

7. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egy időben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,1 g víz/100 g termék lehet.

### 3. MÓDSZER

#### Zsírtartalom meghatározás sűrített tejből (Röse-Gottlieb-módszer)

1. Tárgy és alkalmazási terület  
E módszerrel határozzuk meg a zsírtartalmat a következő termékekben:
  - cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej,
  - cukrozatlan sűrített tej,
  - cukrozatlan sűrített félzsíros tej,
  - cukrozatlan sűrített sovány tej,
  - cukrozott sűrített tej,
  - cukrozott sűrített félzsíros tej,
  - cukrozott sűrített sovány tej.
2. Fogalommeghatározás  
A sűrített tej zsírtartalma: a megadott módszerrel meghatározott zsírtartalom.
3. A módszer elve  
A zsírtartalmat Röse–Gottlieb-módszerrel határozzuk meg. A minta ammóniás-alkoholos oldatából a zsírokat dietil-éterrel vagy petroléterrel extraháljuk, majd az oldatot bepároljuk, a maradékot mérjük, és a zsírtartalmat a minta tömegszázalékában fejezzük ki.
4. Vegyszerek  
Minden reagensnek meg kell felelnie a vakpróbára vonatkozó részben (6.1.) megadott feltételeknek.  
Ha szükséges, a reagenseket 1 g vajzsír/100 ml oldószer jelenlétében újra desztilláljuk.
- 4.1. Ammónia-oldat, kb. 25% (m/m)  $\text{NH}_3$  tartalommal, sűrűsége 20 °C-on kb. 0,91 g/ml (vagy ismert koncentrációjú, töményebb oldat.)
- 4.2. Etanol, 96 ± 2%-os (v/v) vagy metanollal, metil-etil-ketonnal, illetve petroléterrel denaturált etanol.

#### 4.3. Dietiléter, peroxidmentes.

##### 1. megjegyzés:

A peroxid vizsgálatához 10 ml dietil-étert öntünk üveg dugóval lezárható, kis mérőhengerbe, amelyet előzetesen kevés éterrel átöblítettünk. Hozzáadunk 1 ml frissen készített 10%-os kálium-jodid oldatot, összerázzuk és 1 percig állni hagyjuk. Egyik fázisban sem lehet sárga elszíneződés.

##### 2. megjegyzés:

A dietil-éter peroxidmentesen eltartható, ha olyan nedves cinkfóliát adunk hozzá, amelyet előzőleg 1 percre híg, savas réz-szulfátoldatba merítettünk, majd vízzel leöblítettünk. 1 liter dietil-éterhez kb. 8000 mm<sup>2</sup> felületű, hosszú csíkokra felvágott cinkfóliát használjunk. A csíkok legalább az edény feléig érjenek

#### 4.4. Petroléter, 30–60 °C közötti forrpontú

4.5. Oldószer elegy, közvetlenül a felhasználás előtt azonos térfogatú dietil-éterből (4.3.) és petroléterből készítjük (4.4). Az oldószer elegy dietil-éterrel vagy petroléterrel helyettesíthető.

#### 5. Eszközök

##### 5.1. Analitikai mérleg

5.2. Megfelelő extrahálócső vagy- lombik, becsiszolt üveg dugóval vagy egyéb, az alkalmazott oldószernek megfelelő zárással.

5.3. Vékonyfalú állólombikok, 150–250 ml névleges térfogatúak.

5.4. Száritószekrény atmoszférikus nyomású, jól szellőző, hőmérséklete 102 ± 1 °C-ra beállítható.

5.5. Forrást segítő anyag, zsírmentes, nem porózus, használat közben nem törékeny, például üveggyöngy vagy szilícium-karbid darabkák. (lásd 6.2.1. pont).

5.6. Pipetta, az extraháló csőhöz megfelelő.

##### 5.7. Centrifuga

##### 6. A vizsgálat menete

#### 6.1. Vakpróba

A minta zsírtartalmának meghatározásával egy időben vakpróbát végzünk 10 ml desztillált vízzel, azonos extraháló készülékben, a reagensek azonos arányával és azonos módon a következőkben leírtak szerint, a 6.2.2. alatt leírtak kivételével. Ha a vakpróbára 0,5 mg-nál nagyobb értéket kaptunk, a reagenseket meg kell vizsgálni, tiszta reagensekkel kell helyettesíteni vagy meg kell tisztítani.

#### 6.2. Vizsgálat

6.2.1. A lombikot (5.3.) az oldószer elpárologtatása során a forrást megkönnyítő anyaggal együtt (5.5), száritószekrénybe (5.4.) tesszük, és fél-egy óra hosszat szárítjuk. A lombikot a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.

6.2.2. Az előkészített mintát megkeverjük, és a cukrozott sűrített tej mintákból 2–2,5 g-ot, a cukrozatlan sűrített tej mintákból 4–5 g-ot közvetlen beméréssel, vagy visszaméréssel 0,1 mg pontossággal az extraháló edénybe mérünk. 10,5 ml térfogatig vízzel feltöltjük, és enyhe melegítés (40–50 °C) közben az anyagok teljes elkeveredése céljából óvatosan összerázzuk. A minta teljesen elosztható legyen, különben a meghatározást meg kell ismételni.

6.2.3. 1,5 ml ammónia-oldatot (4.1.) vagy töményebb oldat egyenértékű térfogatát adunk hozzá és jól összekeverjük.

6.2.4. 10 ml etanolt (4.2.) adunk hozzá és a folyadékokat a nyitott lombikban lassan, tökéletesen összekeverjük.

6.2.5. 25 ml dietil-étert adunk hozzá (4.3.) és folyó vízzel lehűtjük. Az edényt lezárjuk, 1 percig erősen rázzuk és közben többször megfordítjuk.

6.2.6. A dugót óvatosan kivesszük, és 25 ml petrolétert (4.4.) adunk hozzá úgy, hogy a petroléter első néhány milliliterével leöblítjük a dugót és az edény nyakának belső falát. Az öblítőfolyadékot az edénybe engedjük. Az edényt a dugóval újra lezárjuk, 30 másodpercig rázzuk és forgatjuk. Ha a 6.2.7. pontban leírt műveletben nem centrifugálunk, nem szabad túl erősen rázni.

6.2.7. A vizsgálati anyagot a felső folyadékfázis kitisztulásáig, és a vizes fázistól való teljes elválásáig állni hagyjuk. A fázisok szétválásztása megfelelő centrifugával (5.7.) is elvégezhető.

##### Megjegyzés:

Az a centrifuga, amelyik nem háromfázisú motorral működik, szikrát kelthet. Ezért különösen ügyelni kell arra, hogy robbanás vagy tűz ne keletkezzék az étergőzők jelenléte miatt (például a lombik törése esetén).

6.2.8. A dugót kivesszük, néhány ml oldószer eleggyel a dugót és a lombik nyakának belső falát leöblítjük, az öblítőfolyadékot az extraháló edénybe engedjük. A felső réteget dekantálással vagy pipettával gondosan és lehetőleg teljes mennyiségében a lombikba visszük át (6.2.1.).

## Megjegyzés:

Ha a leszivtatást nem pipettával végezzük, szükség lehet arra, hogy valamennyi vizet hozzáadva a két folyadék közötti fázishatárt a dekantálás megkönnyítésére megemeljük.

- 6.2.9. Az extraháló edény nyakának külső és belső falát vagy a pipetta csúcsát és alsó részét néhány ml oldószer elegendő leöblítjük. Az edény külső oldaláról az öblítőfolyadékot a lombikba, a pipetta és a belső fal öblítőfolyadékát pedig az extraháló edénybe folytatjuk.
- 6.2.10. A 6.2.5–6.2.9. műveletek megismétlésével 15 ml dietil-éter és 15 ml petroléter felhasználásával második extrakciót végzünk.
- 6.2.11. Harmadik extrakciót végzünk a 6.2.10. szerint, azonban az utolsó öblítést (6.2.9.) elhagyjuk.
- Megjegyzés:  
A cukrozatlan és cukrozott sűrített sovány tej esetében a harmadik extrakció nem szükséges.
- 6.2.12. Az oldószert (beleértve az etanolt is) gondos elpárologtatással vagy desztillálással eltávolítjuk. Ha a lombik úrtartalma kicsi, akkor minden extrakció után a fent leírt módon a kis mennyiségű oldószert eltávolítjuk.
- 6.2.13. Ha már nem érzünk oldószerszagot, a lombikokat fektetve 1 órára a szárítószekrénybe helyezjük és szárítjuk.
- 6.2.14. A lombikot a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.
- 6.2.15. A 6.2.13. és a 6.2.14. műveleteket addig ismétljük, míg a két egymás utáni mérés különbsége 0,5 mg-nál kisebb lesz, vagy a tömeg növekszik. Tömegnövekedés esetén a számolásnál (7.) a legkisebb értéket vesszük figyelembe. A végső tömeget  $M_1$ -gyel jelöljük.
- 6.2.16. Ezután 15–25 ml petrolétert adunk hozzá annak vizsgálatára, hogy az extrahált anyag teljesen oldható-e. Az oldószert enyhén melegítjük és rázogattjuk, amíg a zsír egészen fel nem oldódik.
- 6.2.16.1. Ha az extrahált anyag petroléterben teljesen oldható, a 6.2.1. és a 6.2.15. mérések közti különbség a zsír tömege.
- 6.2.16.2. Kétség esetén vagy ha oldhatatlan anyagok vannak jelen, a lombikban lévő zsírt meleg petroléteres mosással ismét extraháljuk, és az oldhatatlan részt minden dekantálás előtt ülepitjük. A lombik nyakának külső oldalát háromszor leöblítjük. A lombikot 1 órán keresztül fekvő helyzetben szárítószekrényben szárítjuk a 6.2.1. szerint, a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük.

A zsír mennyisége a 6.2.15. szerinti mennyiségnek és ennek a tényleges végső mennyiségnek a különbsége.

## 7. Az eredmények kiszámítása

Az extrahált zsír grammban kifejezett tömegét a következő képlettel számítjuk ki:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

A minta zsírtartalma%-ban:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \cdot 100$$

ahol:

$M_1$  = a lombik tömege zsírral együtt g-ban a 6.2.15. művelet után,

$M_2$  = a lombik tömege g-ban a 6.2.1. művelet után, illetve oldhatatlan anyag jelenléte vagy annak gyanúja esetében a 6.2.16.2. művelet után,

$B_1$  = a vakpróba lombikjának tömege g-ban a 6.2.15. művelet után,

$B_2$  = a vakpróba lombikjának tömege g-ban a 6.2.1. művelet után, illetve oldhatatlan anyag jelenléte vagy annak gyanúja esetén a 6.2.16.2. művelet után,

$S$  = a bemért minta mennyisége g-ban.

## 8. Ismételhetség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,05 g zsír/100 g termék lehet.



## 4. MÓDSZER

### Zsírtartalom meghatározás tejporból (Röse-Gottlieb-módszer)

1. Tárgy és alkalmazási terület  
Ezzel a módszerrel határozzuk meg a zsírtartalmat a következő termékekből:
  - nagy zsírtartalmú tejpör,
  - zsíros (teljes) tejpör,
  - félszíros tejpör,
  - sovány tejpör.
2. Fogalom meghatározás  
A tejpör zsírtartalma: a megadott módszerrel meghatározott zsírtartalom.
3. A módszer elve  
A meghatározást a Röse-Gottlieb-módszer szerint végezzük. A tejpör ammóniás-alkoholos oldatából a zsírt dietil-éterrel és petroléterrel extraháljuk, majd az oldószert elpárologtatjuk, a maradékot mérjük, és a minta tömegszázalékában fejezzük ki.
4. Vegyszerek  
Minden reagensnek meg kell felelnie a vakpróba vonatkozó részben (6.1.) megadott követelményeknek.  
Ha szükséges, a reagenseket 1 g vajzsír/100 ml oldószert jelenlétében újra desztilláljuk.
- 4.1. Ammónia-oldat, kb. 25%-os (m/m)  $\text{NH}_3$  tartalommal sűrűsége 20 °C-on kb. 0,91 g/ml (vagy ismert koncentrációjú töményebb oldat).
- 4.2. Etanol,  $96 \pm 2\%$ -os (v/v) vagy metanollal, metil-etil-ketonnal, illetve petroléterrel denaturált etanol.
- 4.3. Dietil-éter, peroxidmentes
  1. megjegyzés:  
A peroxid vizsgálatához 10 ml dietil-étert öntünk üveg dugóval lezárható kis mérőhengerbe, amelyet előzetesen kevés éterrel öblítettük. Hozzáadunk 1 ml frissen készített 10%-os kálium-jodid-oldatot, összerázzuk és 1 percig állni hagyjuk. Egyik fázisban sem lehet sárga elszíneződés.
  2. megjegyzés:  
A dietil-éter peroxidmentesen eltartható, ha olyan nedves cinkfóliát adunk hozzá, amelyet előzőleg 1 percre savas réz-szulfát-oldatba merítettük, majd vízzel leöblítettük.  
Egy liter dietil-éterhez kb. 8000 mm<sup>2</sup> felületű, csíkokra felvágott cinkfóliát használjunk. A csíkok legalább az edény feléig érjenek.
- 4.4. Petroléter, 30–60 °C közötti forrponotú
- 4.5. Oldószert elegy, melyet közvetlenül a felhasználás előtt azonos térfogatú dietil-éterből (4.3.) és petroléterből (4.4.) készítünk. Az oldószerelegy dietil-éterrel vagy petroléterrel helyettesíthető.
5. Eszközök
  - 5.1. Analitikai mérleg
  - 5.2. Megfelelő extrahálócső vagy lombik becsiszolt üveg dugóval vagy egyéb, az alkalmazott oldószernak megfelelő zárással.
  - 5.3. Vékonyfalú állólombik, 150–250 ml névleges térfogatú.
  - 5.4. Szárítószekrény, atmoszférikus nyomású, jól szellőző,  $102 \pm 1$  °C-ra beállítható.
  - 5.5. Forrást segítő anyag, zsírmentes, nem porózus, használat közben nem törékeny, például üveggyöngy vagy szilícium-karbid darabkák (lásd a 6.2.1. pont).
  - 5.6. Vízfürdő, 60–70 °C-ra beállítható.
  - 5.7. Pipetta, az extraháló csőhöz megfelelő.
  - 5.8. Centrifuga.
6. A vizsgálat menete
  - 6.1. Vakpróba  
A minta zsírtartalmának meghatározásával egyidőben vakpróbát végzünk 10 ml desztillált vízzel, azonos extraháló edényben, a reagensek azonos arányával és azonos módon, a következőkben leírtak szerint, a 6.2.2. alatt leírtak kivételével. Ha a vakpróba 0,5 mg-nál nagyobb értéket kapunk, a reagenseket meg kell vizsgálni, tiszta reagensekkel kell helyettesíteni vagy meg kell tisztítani.



- 6.2. Vizsgálat
- 6.2.1. A lombikot (5.3.) az oldószer elpárolgatása során a forrást megkönnyítő anyaggal együtt szárítószekrénybe (5.4.) tesszük és fél-egy óra hosszat szárítjuk. A lombikot a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, és 0,1 mg pontossággal mérjük.
- 6.2.2. Kb.1 g zsíros (teljes) tejpport, vagy kb.1,5 g félszíros tejpport, illetve sovány tejpport közvetlen beméréssel vagy visszaméréssel 0,1 mg pontossággal az extraháló edénybe (5.2.) mérünk. 10 ml vizet adunk hozzá és a tejpport teljes feloldásáig rázogatjuk (egy mintánál melegítésre is szükség lehet).
- 6.2.3. 1,5 ml ammónia-oldatot (4.1.) vagy töményebb oldat ezzel egyenértékű térfogatát adjuk hozzá, vízfürdőn (5.6.) időnként összerázva 15 percig 60–70 °C-on melegítjük, majd folyóvízzel lehűtjük.
- 6.2.4. 10 ml etanolt (4.2.) adunk hozzá és a folyadékokat a nyitott extraháló edényben óvatosan összekeverjük.
- 6.2.5. 25 ml dietil-étert (4.3.) adunk hozzá és folyó vízzel lehűtjük. A készüléket lezárjuk, 1 percen keresztül erősen rázzuk, és közben többször megfordítjuk.
- 6.2.6. A dugót óvatosan kivesszük és 25 ml petrolétert (4.4.) adunk hozzá úgy, hogy néhány ml-ével leöblítjük a dugót és az extraháló edény nyakának belső falát az öblítőfolyadékot az extraháló edénybe folytatjuk. Az edényt a dugóval újra lezárjuk, 30 másodpercig rázzuk, és időnként megfordítjuk. Ha a 6.2.7. pontban leírt műveletben nem centrifugálunk, nem szabad túl erősen rázni.
- 6.2.7. A vizsgálati anyagot állni hagyjuk, a felső folyadék fázis kitisztulásáig és a vizes fázistól való teljes elválásáig. A fázisok elválását megfelelő centrifugával (5.8.) is elvégezhetjük.
- Megjegyzés:  
Az a centrifuga, amely nem háromfázisú motorral működik, szikrát kelthet. Ezért különösen ügyelni kell arra, hogy robbanás vagy tűz ne keletkezzék az étergőzők jelenléte miatt (például a lombik eltörése esetén).
- 6.2.8. A dugót kivesszük, néhány ml oldószer eleggyel (4.5.) a dugót és a lombik nyakának belső oldalát leöblítjük, az öblítőfolyadékot az extraháló edénybe folytatjuk. A felső réteget dekantálással vagy pipettával (5.7.) gondosan és lehetőleg teljes mennyiségében a lombikba visszük át (6.2.1.).
- Megjegyzés:  
Ha a leszivást nem pipettával végezzük, szükség lehet arra, hogy valamennyi vizet hozzáadva a két folyadék közti fázisatárt, a dekantálás megkönnyítésére, megemeljük.
- 6.2.9. Az extraháló edény nyakának külső és belső falát, vagy a pipetta csúcsát és alsó részét néhány ml oldószer eleggyel leöblítjük. Az extraháló edény külső oldaláról az öblítőfolyadékot a lombikba, a pipetta és a belső fal öblítőfolyadékát pedig az extraháló edénybe folytatjuk.
- 6.2.10. A 6.2.5–6.2.9. műveletek megismétlésével 15 ml dietil-éter és 15 ml petroléter felhasználásával második extrakciót végzünk.
- 6.2.11. Harmadik extrakciót végzünk a 6.2.10. szerint, azonban az utolsó öblítést (6.2.9.) elhagyjuk.
- Megjegyzés:  
Sovány tejpport esetében harmadik extrakció nem szükséges.
- 6.2.12. Az oldószert (beleértve az etanolt is) gondos elpárolgatással vagy desztillációval eltávolítjuk. Ha a lombik úrtartalma kicsi, akkor minden extrakció után a fent leírt módon a kis mennyiségű oldószert eltávolítjuk.
- 6.2.13. Ha már nem érzünk oldószerszagot, a lombikot fektetve 1 órára a szárítószekrénybe helyezzük és szárítjuk.
- 6.2.14. A lombikot a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.
- 6.2.15. A 6.2.13. és a 6.2.14. műveleteket addig ismétljük, míg a két egymás utáni mérés különbsége 0,5 mg-nál kisebb lesz, vagy a tömeg növekszik. Tömegnövekedés esetén a számolásnál (7.) a legkisebb értéket vegyük figyelembe. A végső tömeget  $M_1$ -gyel jelöljük.
- 6.2.16. Ezután 15–25 ml petrolétert adunk hozzá annak vizsgálatára, hogy az extrahált anyag teljesen oldható-e. Az oldószert enyhén melegítjük és rázogatjuk, amíg az egész zsír fel nem oldódik.
- 6.2.16.1. Ha az extrahált anyag petroléterben teljesen oldható, a 6.2.1. és 6.2.15. mérések közti különbség a zsír tömege.
- 6.2.16.2. Kétség esetén vagy ha oldhatatlan anyagok vannak jelen, a lombikban lévő zsírt meleg petroléteres mosással ismét extraháljuk, és az oldhatatlan részt minden dekantálás előtt ülepitjük. A lombik nyakának külső oldalát háromszor leöblítjük. A lombikot 1 órán keresztül fekvő helyzetben szárítószekrényben szárítjuk, 6.2.1. szerint a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük. A zsír mennyisége a 6.2.15. szerinti mennyiség és ennek a tényleges végső mennyiségnek a különbsége.

## 7. Az eredmények kiszámítása

Az extrahált zsír grammban kifejezett tömegét a következő képlettel számítjuk ki:

$$(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)$$

A minta zsírtartalma %-ban:

$$\frac{(M_1 - M_2) - (B_1 - B_2)}{S} \cdot 100$$

ahol:

$M_1$  = a lombik tömege zsírral együtt g-ban a 6.2.15. művelet után,

$M_2$  = a lombik tömege g-ban a 6.2.1. művelet után, illetve oldhatatlan anyag jelenléte, vagy annak gyanúja esetében a 6.2.16.2. művelet után,

$B_1$  = a vakpróba lombikjának tömege g-ban a 6.2.15. művelet után,

$B_2$  = a vakpróba lombikjának tömege g-ban a 6.2.1. művelet után, illetve oldhatatlan anyag jelenléte, vagy annak gyanúja esetén a 6.2.16.2. művelet után,

$S$  = a bemért minta mennyisége g-ban.

## 8. Ismételtelhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,2 g zsír/100 g termék, sovány tejpor esetében 0,1 g zsír/100 g termék lehet.

**5. MÓDSZER****Szacharóz-tartalom meghatározás (polarimetriás módszer)**

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ezzel a módszerrel határozzuk meg a szacharóztartalmat a következő termékekből:

- cukrozott sűrített tej,
- cukrozott sűrített félszíros tej,
- cukrozott sűrített sovány tej.

A minta nem tartalmazhat invertcukrot.

## 2. Fogalom meghatározás

A cukrozott sűrített tej szacharóztartalma: az ezzel a módszerrel meghatározott szacharóztartalom.

## 3. A módszer elve

A módszer a Clerget-inverzió elvén alapszik: gyengén savas kezelés hatására a szacharóz teljesen hidrolizál, míg a laktóz vagy más cukrok nem változnak. A szacharóztartalmat az oldat forgatóképességének változásából állapítjuk meg.

A minta tiszta szűrletét a laktóz okozta mutarotáció nélkül úgy állítjuk elő, hogy az oldatot ammóniával kezeljük, majd semlegesítjük, és cink-acetát, illetve kálium-hexaciano-ferrát/II/-oldat egymás után történő hozzáadásával csapadékot képzünk.

A szűrlet egy részében a szacharózt megfelelő eljárással hidrolizáljuk.

A szűrlet inverzió előtti és utáni forgatóképességéből számítjuk ki a szacharóztartalmat a megfelelő képlet alapján.

## 4. Vegyszerek

- 4.1. Cink-acetát oldat, 1 mólos: 21,9 g kristályos cink-acetátot ( $Zn(C_2H_3O_2)_2 \cdot 2H_2O$ ) és 3 ml jégecetet vízzel 100 ml-re feltöltünk.
- 4.2. Kálium-hexaciano-ferrát/II/ oldat 0,25 mólos : 10,6 g kristályos kálium-hexaciano-ferrát/II/-ot ( $K_4(Fe(CN)_6) \cdot 3H_2O$ ) vízzel 100 ml-re feltöltünk.
- 4.3. Sósav-oldat,  $6,35 \pm 0,20$  mólos (20–22%), vagy  $5,0 \pm 0,2$  mólos (16–18%)
- 4.4. Ammónia-oldat,  $2,0 \pm 0,2$  mólos, kb. 3,5% (m/m)
- 4.5. Ecetsav-oldat,  $2,0 \pm 0,2$  mólos, 12% (m/m)
- 4.6. Brómtimolkék-indikátor 1%-os (m/v) etanolos oldata.

## 5. Eszközök

- 5.1. Mérleg, 10 mg-os pontosságú,
- 5.2. Polariméter-cső, 2 dm-es, pontosan kalibrált hosszúságú,

- 5.3. Polariméter vagy szachariméter:
- polariméter nátriumfényvel vagy zöld higanyfényvel (higanygőzlámpa prizmával vagy speciális Wrattenszűrővel Nr. 77A), legalább 0,05 szögfok leolvasási pontossággal,
  - Szachariméter nemzetközi cukorskálával, 6%-os kálium-bikromát oldat 15 mm vastag szűrőjén átvezetett fehér fényvel vagy nátriumfényvel. A nemzetközi cukorskálán a leolvasási pontosság legalább 0,1 fok legyen.
- 5.4. Vízfürdő,  $60 \pm 1$  °C-ra beállítható.
6. A vizsgálat menete
- 6.1. Ellenőrző vizsgálat
- A módszer, a reagensek és a készülékek ellenőrzésére a következő módszerrel kettős ellenőrző vizsgálatot végzünk 100 g tej, vagy 110 g sovány tej és 18,00 g tiszta szacharóz felhasználásával. Ez a keverék 40,00 g 45% szacharóztartalmú sűrített tejnek felel meg. A cukortartalmat a 7. pontban megadott képlettel számítjuk ki, ahol az 1. képletben szereplő M, F, és P a bemért tejmenynységet, a tej zsír- és fehérjetartalmát jelenti, a 2. képletben szereplő M helyére 40,00 számot kell beírni. A megállapított értékek középértéke a tényleges 45%-tól legfeljebb 0,2%-kal térhet el.
- 6.2. Meghatározás
- 6.2.1. A jól összekevert mintából kb. 40 g-ot 10 mg pontossággal 100 ml térfogatú főzőpohárba mérünk. 50 ml forróvizet (80–90 °C) adunk hozzá és alaposan összekeverjük.
- 6.2.2. A keveréket 200 ml-es mérőlombikba maradéktalanul áttöltjük és a főzőpoharat kismennyiségű desztillált vízzel többször átöblítjük. A desztillált víz hőmérséklete 60 °C, összes térfogata 120–150 ml legyen. Összekeverjük, és szobahőfokra hűtjük.
- 6.2.3. 5 ml hígított ammónia-oldatot (4.4.) adunk hozzá, újra összekeverjük és 15 percig állni hagyjuk.
- 6.2.4. Az ammóniát ekvivalens mennyiségű ecetsav-oldat (4.5.) hozzáadásával semlegesítjük. Előzetesen a pontos mennyiséget az ammónia-oldat brómtimolkék indikátor (4.6.) jelenlétében történő titrálásával állapítjuk meg. Összekeverjük az oldatot.
- 6.2.5. 12,5 ml cink-acetát oldatot (4.1.) adunk hozzá, miközben a megdöntött lombikot körkörösén forgatjuk.
- 6.2.6. Az acetát-oldat adagolásával azonos módon 12,5 ml kálium-hexaciano-ferrát (4.2.) oldatot adunk hozzá.
- 6.2.7. A lombik tartalmát 20 °C-ra beállítjuk és 20 °C-os vízzel a 200 ml-es jelig töltjük.
- Megjegyzés:
- Eddig a műveletig a víz vagy a reagensek adagolását úgy kell végezni, hogy a légbuborékok képződését elkerüljük. Ugyanebből a célból minden keverést a lombik óvatos körkörös forgatásával és nem rázogatással kell végezni. A 200 ml végtérfogatra való feltöltést megelőzően keletkezett légbuborékokat a lombikra kapcsolt vákuumszivattyúval és a lombik körkörös mozgatásával távolítjuk el.
- 6.2.8. A lombikot száraz dugóval lezárjuk, és erős rázással alaposan összekeverjük.
- 6.2.9. Néhány percig állni hagyjuk, majd száraz szűrőpapíron átszűrjük, a szűrlet első 25 ml-ét kiöntjük.
- 6.2.10. Közvetlen polarizáció: meghatározzuk a szűrlet optikai forgatóképességét  $20 \pm 1$  °C-on.
- 6.2.11. Inverzió: az előbbieket szerint nyert szűrletből 40 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipettázunk. 6,0 ml 6,35 mólos vagy 7,5 ml 5,0 mólos sósavat (4.3.) adunk hozzá.
- A lombikot 15 percre 60 °C-os vízfürdőbe állítjuk úgy, hogy a lombik a nyakáig belemerüljön. Az első 5 percben körkörös mozgatással keverjük, ezalatt a lombik tartalmának el kell érnie a vízfürdő hőmérsékletét. 20 °C-ra lehűtjük és 20 °C-os vízzel a 50 ml-es jelig feltöltjük. Összekeverjük és ezen a hőmérsékleten 1 órán keresztül állni hagyjuk.
- 6.2.12. Inverzió utáni polarizáció
- Az invertált oldat forgatóképességét  $20 \pm 0,2$  °C-on mérjük. (Ha a polarizálócsőben a folyadék hőmérséklete több mint 0,2 °C-kal eltér a 20 °C-tól, akkor a 7.2. pontban megadott hőmérsékletkorrekciót kell alkalmazni.)

## 7. Az eredmények kiszámítása

## 7.1. Számítás

A szacharóztartalom kiszámítását a következő képletek szerint végezzük:

$$1.) \quad v = \frac{M}{100} \cdot (1,08F + 1,55P)$$

$$2.) \quad S = \frac{D - 1,25I}{Q} \cdot \frac{V - v}{V} \cdot \frac{V}{L \cdot M} \%$$

ahol:

S = szacharóztartalom,

M = a bemért minta tömege g-ban,

F = a minta zsírtartalma %-ban,

P = a minta fehérjetartalma (N × 6,38)%-ban,

V = az a térfogat ml-ben, amire a mintát a szűrés előtt felhígítjuk,

v = a szűréskor képződött csapadék térfogat korrekciója ml-ben,

D = a közvetlen polarizációs érték (az inverzió előtti polarizáció),

I = az inverzió utáni polarizációs érték,

L = a polarimétercső hossza dm-ben,

Q = inverziós faktor, amelynek az értékére a következőkben térünk ki.

Megjegyzések:

- a) Ha pontosan 40,00 g sűrített tejet mértünk be, és nátriumlámpás polariméter szögfokot és 2 dm-es polarimétercsövet használunk  $20 \pm 0,1$  °C-on, akkor a normál sűrített tej (C=9) szacharóztartalmát a következő képlettel számítjuk ki:

$$S = (D - 1,25 I) \times (2,833 - 0,00612 F - 0,00878 P)$$

- b) Ha a polarizációt inverzió után a megadott 20 °C-tól (T) eltérő hőmérsékleten mértük, az értéket meg kell szorozni a következő faktoral:  $[1 + 0,0037 (T - 20)]$

## 7.2. Az inverziós faktor (Q) értéke

A következő képletek megadják a Q pontos értékét különböző fényforrások, különböző koncentrációk és hőmérsékletek esetén:

nátriumfénynél és polariméter szögfokban mérve:

$$Q = 0,8825 + 0,0006 (C - 9) - 0,0033 (T - 20),$$

zöld higanyfénynél és polariméter szögfokban mérve:

$$Q = 1,0392 + 0,0007 (C - 9) - 0,0039 (T - 20),$$

fehér fénynél bikromátszűrővel és nemzetközi cukorskálával ellátott szachariméterrel mérve:

$$Q = 2,549 + 0,0017 (C - 9) - 0,0095 (T - 20).$$

Az előbbi képletekben a betűk jelentése:

C = a polarimetriás mérésnek megfelelő összes cukortartalom az invertált oldatban, százalékban,

T = az invertált oldat hőmérséklete a polarimetriás mérés alatt.

## 1. megjegyzés:

Az invertált oldatban lévő összes cukortartalmat %-ban (C) a közvetlen polarizációs érték és az inverzió utáni polarizációs érték a szacharóz, laktóz és invertcukor specifikus forgatóképességének normál értékével a szokásos módon lehet kiszámítani.

A 0,0006 (C-9) korrekció csak akkor pontos, ha C kb. = 9, szokásos sűrített tejnél ez a korrekció elhagyható, mivel C 9-hez közel van.

## 2. megjegyzés:

A 20 °C mérési hőmérséklethez képest 1 °C hőmérséklet eltérés a közvetlen leolvasásban keveset jelent, de az inverzió utáni leolvasásnál a 0,2 °C-nál nagyobb eltérés esetén már korrekcióra van szükség. A 0,0033 (T - 20) korrekció stb. csak 18 °C - 22 °C között pontos.

## 8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,3 g szacharóz/100 g termék lehet.

## 6. MÓDSZER

### Tejsav és laktáttartalom meghatározás

#### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ezzel a módszerrel a következő termékek tejsav- és laktáttartalmát határozzuk meg:

- nagy zsírtartalmú tejpör,
- zsíros (teljes) tejpör,
- félszíros tejpör,
- sovány tejpör.

#### 2. Fogalom meghatározás

A tejpör tejsav- és laktáttartalma: az ezzel a módszerrel meghatározott tejsav- és laktáttartalom, tejsavban kifejezve.

#### 3. A módszer elve

Réz-szulfát és kalcium-hidroxid egyidejű adagolása után a zsírt, a fehérjét és laktózt szűréssel eltávolítjuk. A szűrletben lévő tejsavat tömény kénsavval réz-szulfát jelenlétében acetaldehiddé alakítjuk. Az acetaldehidet 4-hidroxi-difenillel fotometriásan meghatározzuk. A tejsav és laktáttartalmat tejsav mg/100 g zsírmentes szárazanyag értékben adjuk meg.

#### 4. Vegyszerek

4.1. Réz(II)szulfát oldat: 250 g réz(II)szulfátot ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) vízben oldunk, és 1000 ml-re feltöltjük.

4.2. Kalcium-hidroxid-szuszpenzió:

4.2.1. 300 g kalcium-hidroxidot [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ] mozsárban összesen 900 ml víz felhasználásával eldörzsöljük. A szuszpenziót a felhasználás előtt frissen készítjük.

4.2.2. Másik változat: 300 g kalcium-hidroxidot [ $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ] mozsárban összesen 1400 ml víz felhasználásával eldörzsölünk. A szuszpenziót a felhasználás előtt frissen készítjük.

4.3. Kénsavas réz(II)szulfát oldat: 300 ml kénsavhoz (95,5–97,0% (m/m)  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 0,5 ml réz(II)szulfát oldatot (4.1.) adunk.

4.4. 4-hidroxi-difenil oldat ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$ ): 0,75 g 4-hidroxi-difenilt enyhe melegítés és keverés közben 5 gramm  $\text{NaOH}$ /100 ml koncentrációjú vizes nátrium-hidroxid oldat 5 ml-ében feloldunk. Mérőlombikban vízzel 50 ml-re feltöltjük. Az oldatot sötét, hűvös helyen, barna folyadéküvegben tároljuk. Ne használjuk, ha színváltozás vagy zavarosodás lép fel. Legfeljebb 72 óráig tárolható.

4.5. Tejsav kalibráló oldat: közvetlenül a felhasználás előtt 0,1067 g lítium-laktátot ( $\text{CH}_3\text{CHOHCOOLi}$ ) vízben feloldunk és mérőlombikban 1000 ml-re feltöltünk. Ennek az oldatnak 1 ml-e 0,1 mg tejsavnak felel meg.

4.6. Visszaállított normál tej: jó minőségű tejpör mintákat előzőleg megvizsgálunk. A kalibrációs görbe felvételéhez azokat a mintákat választjuk ki, amelyek tejsav tartalma a legkisebb, legfeljebb 30 mg/100 g zsírmentes szárazanyag tartalommal. A műveleteket a 6.2.1. és a 6.2.2. szerint végezzük.

#### 5. Eszközök

5.1. Analitikai mérleg

5.2. Spektrofotométer, 570 nm hullámhosszra beállítható

5.3. Vízfürdő,  $30 \pm 2$  °C-ra beállítható

5.4. Dörzsmozsár törővel

5.5. Szűrőpapír, (Schleicher és Schüll 595, Whatman 1 vagy azzal egyenértékű)

5.6. Reagensüveg Pyrex vagy azzal egyenértékű üvegből (mérete: 25×150 mm)

Megjegyzés:

Minden üvegedény teljesen tiszta legyen, és csak ehhez a vizsgálathoz használjuk. A csapadékot tartalmazó üvegedényeket tömény sósavas kiöblítés után mosogassuk el.

#### 6. A vizsgálat menete

##### 6.1. Vakpróba

Vakpróbát készítünk, amelyhez 30 ml vizet töltünk egy 50 ml-es mérőlombikba és a 6.2.4.–6.2.11. műveleteket elvégezzük. Ha a vakpróba eredménye vízzel szemben mérve a 20 mg tejsav/100 mg zsírmentes szárazanyagnak megfelelő értéket túllépi, a reagenseket felül kell vizsgálni, a szennyezett reagenseket, illetve reagenst mással kell pótolni. A vakpróbát a minta vizsgálatával egyidejűleg kell végezni.

##### 6.2. Meghatározás

Megjegyzés:

Különösen nyállal és izzadsággal való szennyeződéstől óvjuk a mintákat.

6.2.1. A minta zsírmentes szárazanyagtartalmát (a) megkapjuk, ha 100-ból levonjuk a zsírtartalmat (meghatározása a 4. módszerrel) és a víztartalmat (meghatározása a 2. módszerrel).

6.2.2. A minta  $\frac{1000}{a-10}$  g-ját 0,1 g pontossággal lemérjük.

Ehhez a mintamennyiséghez 100 ml vizet adunk és alaposan összekeverjük.

6.2.3. Az így kapott oldatból 5 ml-t 50 ml-es mérőlombikba pipetázunk és vízzel kb. 30 ml-re felhígítjuk.

6.2.4. Forgatás közben lassan hozzáadunk 5 ml réz-szulfát oldatot (4.1.) és 10 percig állni hagyjuk.

6.2.5. Forgatás közben lassan hozzáadunk 5 ml kalcium-hidroxid szuszpenziót (4.2.1.) vagy 10 ml kalcium-hidroxid szuszpenziót (4.2.2.)

6.2.6. Vízzel 50 ml-re feltöltjük, erősen összerázzuk, 10 percig állni hagyjuk, majd szűrjük. A szűrlet első részét elöntjük.

6.2.7. A szűrlet 1 ml-ét reagensüvegbe pipetázunk (5.6.)

6.2.8. Bürettával vagy osztott pipetával a kénsav-réz-szulfát-oldatból (4.3.) 6,0 ml-t, a reagensüvegbe adagolunk. Összekeverjük.

6.2.9. A reagensüveget 5 percen keresztül forró vízfürdőn melegítjük. Folyó vízzel szobahőfokra hűtjük.

6.2.10. Két csepp 4-hidroxi-difenil-reagenst (4.4) adunk hozzá és erősen összerázzuk, hogy a reagens az egész folyadékban egyenletesen eloszoljon. A reagensüveget  $30 \pm 2$  °C hőmérsékletű vízfürdőbe helyezük, 15 percen keresztül benne hagyjuk, és időnként rázogatójuk.

6.2.11. A reagensüveget 90 másodpercre forró vízfürdőbe helyezük, majd folyó vízzel szobahőmérsékletre hűtjük.

6.2.12. Az optikai sűrűséget a vakpróbával szemben (6.1.) 3 órán belül az 5.2. pontban megadott hullámhosszon mérjük.

6.2.13. Amennyiben az optikai sűrűség a kalibrációs görbe legmagasabb pontját túllépi, a 6.2.6. szerint nyert szűrlet megfelelő hígításával kapott mintával a vizsgálatot megismételjük.

6.3. A kalibrációs görbe felvétele

6.3.1. A visszaállított tej (4.6.) 5 ml-ét 5 db 50 ml-es mérőlombikba pipetázunk. Ezekbe a lombikokba 0, 1, 2, 3, 4 ml kalibráló oldatot (4.5.) pipetázunk. Az így kapott oldatok 0, 20, 40, 60, 80 mg tejsav/100 g zsírmentes szárazanyag koncentrációnak felelnek meg.

6.3.2. Vízzel kb. 30 ml-re hígítjuk és a 6.2.4.–6.2.11. pontban leírtak szerint járunk el.

6.3.3. A standard (6.3.1.) optikai sűrűségét a vakpróbával (6.1.) szemben az 5.2. pontban megadott hullámhosszon mérjük. Az optikai sűrűség adatait a 6.3.1. pontban megadott 0 mg, 20 mg, 40 mg, 60 mg, 80 mg/100 g zsírmentes szárazanyagra vonatkoztatott tejsav mennyiségének függvényében diagramon ábrázoljuk. Ezeknek a pontoknak legjobban megfelelő egyenest megrajzoljuk, és a kalibrációs görbét úgy készítjük el, hogy az egyenes önmagával párhuzamosan eltolva a koordináta-rendszer nullpontját metsse.

7. Az eredmények kiszámítása

A minta 6.2.12. vagy 6.2.13. szerint mért optikai sűrűségét a kalibrációs görbe segítségével tejsav mg/100 g zsírmentes szárazanyag értékre számoljuk át. Az eredményt a hígítási faktorial megszorozzuk, amennyiben a szűrletet a 6.2.13. szerint hígítottuk.

8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 8 mg tejsav/100 g zsírmentes szárazanyag lehet 80 mg/100 g mért értékig. Nagyobb értékeknél ez a különbség a legkisebb érték 10%-nál nem lehet nagyobb.

## 7. MÓDSZER

### Foszfátáz-aktivitás meghatározás (módosított Sanders-Sagar-eljárás)

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a foszfátáz-aktivitás meghatározását írja le a következő termékekben:

- nagy zsírtartalmú tejpor,
- zsíros (teljes) tejpor,
- félzsíros tejpor,
- sovány tejpor.

2. Fogalom meghatározás

A foszfátáz-aktivitás a jelenlévő aktív, alkalikus foszfátáz mennyiségének a mértéke. Ezt az értéket az 1 ml hígított tejből, az itt leírt módszerrel felszabadított fenol  $\mu\text{g}$ -ban állapítjuk meg.

3. A módszer elve

A tejpor foszfátáz-aktivitását a foszfátáz azon képessége alapján határozzuk meg, hogy dinátrium-fenil-foszfátból fenolt képes felszabadítani. Az alább leírt feltételek közt felszabaduló fenol mennyiségét spektrofotometriás méréssel, a Gibb reagenssel kialakított szín mérése útján határozzuk meg.

4. Vegyszerek
  - 4.1. A oldat

Bárium-borát-hidroxid-puffer: pH  $10,6 \pm 0,1$  20 °C-on. 25,0 g bárium-hidroxidot ( $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ ) vízben oldunk, és 500 ml-re felhígítjuk. 11,0 g bórsavat ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) vízben feloldunk, és 500 ml-re felhígítjuk.  
Mindkét oldatot 50 °C-ra felmelegítjük és összekeverjük. Az elegyet rázogatva szobahőmérsékletre hűtjük. A pH-értékét bárium-hidroxid-oldattal  $10,6 \pm 0,1$ -re állítjuk be és leszűrjük. Az oldatot jól zárható edényben tároljuk. A puffert felhasználás előtt azonos mennyiségű vízzel felhígítjuk.
  - 4.2. B oldat

Színképző puffer: 6,0 g nátrium-metaborátot ( $\text{NaBO}_2$ ) vagy (12,5 g  $\text{NaBO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) és 20 g nátrium-kloridot ( $\text{NaCl}$ ) vízben feloldunk, és 1000 ml-re feltöltjük.
  - 4.3. C oldat

Szubsztrátum-puffer oldat

    - 4.3.1. 0,5 g dinátrium-fenil-foszfátot ( $\text{Na}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 4,5 ml B oldatban (4.2.) feloldunk. Az E oldatból (4.5.) 2 cseppet adunk hozzá, és 30 percig állni hagyjuk. A színanyagot 2,5 ml butanollal (4.10) extraháljuk. Amennyiben szükséges, a színanyag extrakciót megismételjük. A kivonás után a butanolt kiöntjük. Az oldat hűtőszekrényben több napig eltartható. A felhasználás előtt a színezéket újra kifejlesztjük és extraháljuk.
    - 4.3.2. Ebből az oldatból 1 ml-t egy 100 ml-es mérőlombikba viszünk át és az A oldattal jelig töltjük. A pufferoldatot közvetlenül a felhasználás előtt készítjük el.
  - 4.4. D oldat

Csapadékképző reagens: 3,0 g cink-szulfátot ( $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) és 0,6 g réz-szulfátot ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) vízben feloldunk, és 100 ml-re feltöltjük.
  - 4.5. E oldat

Gibb reagens: 0,040 g 2,6-dibrómkinon-1,4-klórimidet ( $\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_2\text{ClNO}$ ) 10 ml 96%-os etil-alkoholban feloldunk. Az oldatot sötét üvegben hűtőszekrényben tároljuk. Elszíneződött reagens nem használható.
  - 4.6. Színhígító puffer

A színképző B oldatból (4.2.) 10 ml-t vízzel 100 ml-re hígítunk.
  - 4.7. Réz-szulfát oldat

0,05 g réz(II)-szulfátot ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) vízben oldunk és vízzel 100 ml-re feltöltjük.
  - 4.8. Fenol törzsoldat

$0,200 \pm 0,001$  g tiszta fenolt vízben oldunk és mérőlombikban 100 ml-re feltöltjük. Az oldat hűtőszekrényben néhány hónapig eltartható. Ebből az oldatból 10 ml-t vízzel 100 ml-re feltöltünk. Ezen hígított oldat 1 ml-e 200 µg fenolt tartalmaz és további hígítások előállításához is felhasználható.
  - 4.9. Kiforralt desztillált víz
  - 4.10. n-butanol
    5. Eszközök
      - 5.1. Analitikai mérleg
      - 5.2. Vízfürdő,  $37 \pm 1$  °C-ra beállítható
      - 5.3. Spektrofotométer, 610 nm hullámhossznál történő méréshez
      - 5.4. Szűrőpapír (Schleicher és Schüll 597, Whatman 42 vagy más, azonos minőségű szűrőpapír).
      - 5.5. Vízfürdő, forrásban lévő
      - 5.6. Alumíniumfólia
    6. A minta előkészítése

A minta 10 g-ját (0,1 g pontossággal lemérve) 90 ml vízben feloldjuk. A por feloldása közben a hőmérséklet semmiképpen sem lehet 35 °C-nál nagyobb.
    7. A vizsgálat menete
      - 7.1. Óvrendszabályok
        1. Kerüljük a napfény hatását.
        2. Minden üvegeszközt, a dugókat és a felszereléseket állandóan tisztán kell tartani, vízzel leöblíteni és kifőzni, vagy gőzzel kezelni.
        3. A műanyagok alkalmazását (például dugók) kerüljük, mivel azok fenolt tartalmazhatnak.
        4. A nyál foszfátot tartalmaz; a nyálmennyiséggel való szennyeződést gondosan kerülni kell.
      - 7.2. Meghatározás
        - 7.2.1. Két reagensüvegbe a 6. szerint előkészített, visszaállított tejből 1-1 ml-t adagolunk.



- 7.2.2. A reagensüvegek egyikét 2 percen keresztül forrásban lévő vízfürdőben melegítjük. A reagensüveget és a vízfürdőt (5.5.) egy alufóliával bevont főzőpohárral (5.6.) lefedjük, annak biztosítására, hogy a reagensüveg teljes egészében átforrósodjon. Hideg vízzel szobahőfokra hűtjük. Ezt a reagensüveget a vakpróbához használjuk. Ettől a ponttól kezdődően mindkét reagensüveget azonos módon kezeljük.
- 7.2.3. 10 ml C oldatot (4.3.2.) adunk hozzá, összekeverjük, és a reagensüvegeket 37 °C-os vízfürdőbe (5.2.) állítjuk.
- 7.2.4. 60 percig vízfürdőben inkubáljuk, és időnként összerázzuk.
- 7.2.5. A reagensüvegeket rögtön a forrásban lévő vízfürdőbe (5.5.) állítjuk, és 2 percig hevítjük, hideg vízzel szobahőmérsékletre hűtjük.
- 7.2.6. A D oldatból 1 ml-t (4.4.) hozzáadunk, összekeverjük, és száraz szűrőpapíron szűrjük, az első szűrleteket mindaddig elöntjük, amíg tiszta folyadékot nem kapunk.
- 7.2.7. Mindkét szűrletből 5 ml-t reagensüvegekbe adagolunk, 5 ml B oldatot (4.2.) és 0,1 ml E oldatot (4.5.) adunk hozzá. Összekeverjük.
- 7.2.8. A szín kialakulásához 30 percig szobahőfokon napfénytől védve állni hagyjuk.
- 7.2.9. Az optikai sűrűséget a vakpróbával szemben az 5.3. alatt megadott hullámhosszon mérjük.
- 7.2.10. A meghatározást megismételjük, ha az oldat optikai sűrűsége az 7.3. pont szerint kapott 20 µg-os fenol standardnál nagyobb. Ha ezt az értéket túlléptük, a visszaállított tej (6.) térfogatát, olyan tej megfelelő térfogatával hígítjuk fel, amelyet a 7.2.2. szerint a foszfatáz inaktiválására gondosan felforraltunk.
- 7.3. A kalibrációs görbe felvétele
- 7.3.1. 4 db 100 ml-es mérőlombikba 1, 3, 5, és 10 ml-t mérünk be a 4.8. szerint felhígított kalibráló oldatból és vízzel jelig töltjük. Ezek a hígítások ml-enként 2, 6, 10 és 20 µg fenolt tartalmaznak.
- 7.3.2. 1 ml vizet, illetve a referenciaoldatok 1 ml-ét (7.3.1.) a reagensüvegekbe pipettázzuk, hogy olyan mintasorozatot kapjunk, amely 0, 2, 6, 10 és 20 µg fenolt tartalmaz.
- 7.3.3. Egymás után minden reagensüvegbe 1 ml réz-szulfát-oldatot (4.7.), 5 ml színhigító puffert (4.6.), 3 ml vizet és 0,1 ml E oldatot (4.5.) adunk. Összekeverjük.
- 7.3.4. A reagensüvegeket szobahőmérsékleten napfénytől védve 30 percig állni hagyjuk.
- 7.3.5. A reagensüvegekből kivett oldatok optikai sűrűségét a vakpróbához viszonyítva az 5.3. pontban megadott hullámhosszon megmérjük.
- 7.3.6. Az optikai sűrűséget a 7.3.2. pontban megadottak szerint µg-ban mért fenol mennyiség függvényében kalibrációs görbén ábrázoljuk.
8. Az eredmények kiszámítása
- 8.1. A 7.2.9. szerint kapott értékeket a kalibrációs görbe felhasználásával µg fenolra számítjuk át.
- 8.2. A µg fenolban kifejezett foszfatáz-aktivitást a visszaállított tej 1 ml-ére vonatkoztatva a következő képlettel számítjuk ki:  
 Foszfatáz-aktivitás =  $2,4 \times P$   
 ahol  
 P = a fenolmennyiség µg-ban a 8.1. szerint.
- 8.3. Ha a 7.2.10. szerinti hígítás szükséges volt, úgy a 8.2. szerinti eredményeket még a hígítási faktorról is meg kell szorozni.
9. Ismételtetés  
 Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 2 µg felszabadított fenol/ ml visszaállított tej lehet.

## 8. MÓDSZER

### Foszfatáz-aktivitás meghatározása (Aschaffenburg-Mullen-módszer)

#### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a foszfatáz-aktivitás meghatározását írja le a következő termékekben:

- nagyzsírtartalmú tejpör,
- zsíros (teljes) tejpör,
- félzsíros tejpör,
- sovány tejpör.

#### 2. Fogalom meghatározás

A tejpör foszfatáz-aktivitása a termékben lévő aktív alkalikus foszfatáz mennyiségének a mértéke. Ezt az értéket a visszaállított minta 1 ml-éből az itt leírt módszerrel felszabaduló p-nitrofenol µg-ban határozzuk meg.



3. A módszer elve  
A visszaállított mintát 10,2 pH-jú szubsztrát-pufferrel felhígítjuk és 37 °C hőmérsékleten termosztáljuk. A mintában lévő alkalikus foszfatáz ezen körülmények között a nátrium-p-nitrofenil-foszfátból p-nitrofenolt szabadít fel. A felszabadított p-nitrofenolt standard színes üvegekkel való közvetlen összehasonlítással, egyszerű komparátorban, visszavert fényben meghatározzuk.
4. Vegyszerek
  - 4.1. Nátrium-karbonát-hidrogénkarbonát puffer  
3,5 g vízmentes nátrium-karbonátot és 1,5 g nátrium-hidrogénkarbonátot vízben feloldunk és mérőlombikban 1000 ml-re feltöltjük.
  - 4.2. Szubsztrát-puffer-oldat  
1,5 g dinátrium-p-nitrofenil-foszfátot nátrium-karbonát/hidrogénkarbonát pufferben (4.1.) feloldunk, és mérőlombikban a pufferrel (4.1.) 1000 ml-re feltöltjük. Az oldat egy hónapig stabilis marad, ha hűtőszekrényben (4 °C-on vagy az alatti hőfokon) tároljuk, azonban a tárolt oldatból színvizsgálatot kell végezni, lásd: 7. pont 3. megjegyzés.
  - 4.3. Csapadékképző reagensek
    - 4.3.1. Cink-szulfát oldat  
30,8 g cink-szulfátot vízben feloldunk és mérőlombikban 100 ml-re feltöltjük.
    - 4.3.2. Kálium-ferrocianid oldat  
17,2 g kálium-ferrocianid-trihidrátot vízben feloldunk és mérőlombikban 100 ml-re feltöltjük.
5. Eszközök
  - 5.1. Analitikai mérleg
  - 5.2. Vízfürdő, termosztáttal  $37 \pm 1$  °C-ra beállítható
  - 5.3. Komparátor, különleges p-nitrofenol  $\mu\text{g/ml}$  tej értékre hitelesített, standard, színes üveg tárcsával és 2 db, 25 mm-es küvettával.
6. A minta előkészítése  
10 g tejpport 90 ml vízben feloldunk. A tejpport oldási hőmérséklete nem lépheti túl a 35 °C-t.
7. A vizsgálat menete  
Óvintézkedések:
  1. Felhasználás után a reagensüvegeket ki kell üríteni, vízzel kiöblíteni, lúgos mosószert tartalmazó forró vízben kimosni, és tiszta forró vízzel kiöblíteni. Felhasználás előtt vízzel ki kell öblíteni és megszáritani. Használat után a pipettákat alaposan, tiszta hideg folyóvízben rögtön ki kell öblíteni, végül a felhasználás előtt vízzel ki kell öblíteni és megszáritani.
  2. A reagensüvegeket felhasználás után rögtön forró folyóvízzel alaposan le kell öblíteni, majd 2 percen keresztül vízben kifőzni.
  3. A szubsztrát-puffer-oldat (4.2.) legalább 1 hónapig stabil marad, ha azt hűtőszekrényben 4 °C-on vagy annál kisebb hőmérsékleten tároljuk. Az esetleges instabilitást sárga szín megjelenése jelzi. Vizsgálat közben a minták mellett mindig azonos mennyiségű szubsztrát-puffer oldatot tartalmazó kontroll mintát is olvassunk le. Az oldatot ne használjuk, ha olyan elszíneződés lép fel, amely a komparátor 25 mm-es küvettájában desztillált vízzel szemben mérve 10  $\mu\text{g}$ -nál nagyobb értékek felel meg.
  4. Minden mintához külön pipettát használunk, hogy a pipetta nyállal való szennyeződését elkerüljük.
  5. A mintát a legrövidebb időre sem szabad közvetlen napfény hatásának kitenni.
- 7.1. Meghatározás
  - 7.1.1. A szubsztrát-puffer 15 ml-ét tiszta, száraz reagens üvegbe pipettázzuk, majd hozzáadjuk a vizsgálandó visszaállított minta (6.) 2 ml-ét. A reagensüveget lezárjuk, forgatással összekeverjük, és 37 °C hőmérsékletű vízfürdőbe tesszük.
  - 7.1.2. Egyidejűleg egy másik reagensüvegben lévő 15 ml szubsztrát-pufferhoz 2 ml kiforralt, visszaállított mintát adunk és a vizsgálandó mintával azonos módon vízfürdőbe helyezzük.
  - 7.1.3. 2 óra múlva mindkét reagensüveget a vízfürdőből kivesszük, 0,5 ml cink-szulfát oldatot (4.3.1.) adunk hozzá, a dugóval az üvegeket lezárjuk, erősen összerázzuk és 3 percig állni hagyjuk. Hozzáadjuk 0,5 ml kálium-ferrocianid oldatot (4.3.2.), alaposan összekeverjük, szűrjük, a tiszta szűrletet tiszta reagensüvegben felfogjuk.
  - 7.1.4. A szűrletet 25 mm-es küvettába visszük, és a kifőzött minta szűrletével a komparátorban speciális tárcsa (5.3.) segítségével összehasonlítjuk.
8. A eredmények kiszámítása  
A 7.1.4. szerint közvetlenül leolvasott értékeket  $\mu\text{g}$  p-nitrofenol/ml visszaállított mintára adjuk meg.
9. Ismételtetés  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 2  $\mu\text{g}$  nitrofenol/ml visszaállított tej lehet."

4. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

„33. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-80/891 számú előírása az étolaj, étkezési zsír, valamint ezek hozzáadásával készült élelmiszerek erukasav-tartalmának meghatározási módszeréről**

A Magyar Élelmiszerkönyvnek az étolajokban, zsírokban, valamint hozzáadott étolajat és zsírt tartalmazó élelmiszerekben megengedett erukasav-tartalomról szóló 1-3-76/621 számú előírása 1. pontjában szereplő termékek erukasav-tartalmának meghatározását a következőkben leírt módszer szerint kell elvégezni.

#### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ezzel a módszerrel az erukasav-tartalmat lehet meghatározni

- a) olajokban és zsírokban, az esetleg jelenlevő cetolajsav (a dokozénsav cisz-izomérje, amely a halolajokban fordul elő) mellett;
- b) hidrogénezett olajokban és zsírokban a cetolajsav és a dokozénsav transz-izomérjei mellett.

#### 2. Fogalommeghatározás

Erukasav-tartalom: az erukasav mennyisége a leírt módszer szerint meghatározva.

#### 3. A módszer elve

A zsírsavak metilésztereit ezüst-nitrátot tartalmazó vékonyréteg lemezen kis hőmérsékleten elválasztjuk. Az elválasztott észterek mennyiségét gázkromatográffal meghatározzuk.

#### 4. Vegyszerek

##### 4.1. Víz

- 4.1.1. Ha az oldáshoz, hígításhoz és mosáshoz vizet használunk, úgy azon mindig desztillált vizet, vagy azzal azonos minőségű ionmentes vizet értünk.
- 4.1.2. Ha „oldásnál” vagy „hígításnál” a reagensre semmilyen utasítás nincs megadva, úgy az mindig vízben történő oldás, illetve vízzel történő hígítást jelent.

##### 4.2. Vegyszerminőség

Amennyiben semmilyen ellenkező utasítás nincs, az összes felhasznált vegyszernek „analitikai legtisztább”(alt.) minőségűnek kell lennie.

##### 4.3. Frissen desztillált dietil-éter, peroxidmentes.

##### 4.4. n-Hexán

##### 4.5. Szilikagél G, (Kieselgel G), réteg-kromatográfiás célra.

##### 4.6. Szilikagél G, (Kieselgel G), oszlop-kromatográfiás célra.

##### 4.7. Ezüst-nitrát oldat, 200 g/l: 24 g ezüst-nitrátot vízben feloldunk, majd vízzel 120 ml-re feltöltjük.

##### 4.8. Erukasav-metilészter oldat, 5 mg/ml: 50 mg erukasav-metilésztert néhány ml n-hexánban feloldunk, majd n-hexánnal 10 ml-re feltöltjük.

##### 4.9. Tetrakozánsav-metilészter oldat, belső standard, 0,25 mg/ml: 25 mg tetrakozánsav-metilésztert néhány ml n-hexánban oldunk (mint a 4.8-nál) és 100 ml-re feltöltjük.

##### 4.10. Futtatószer: toluol : n-hexán = 90 : 10 arányú (v/v) elegye.

##### 4.11. 2,7-diklór-fluorescein oldat, 0,5 g/l: 50 mg 2,7-diklór-fluoresceint melegítés és keverés közben 100 ml 50%-os vizes metanolban oldunk.

#### 5. Eszközök

##### 5.1. Analitikai mérleg 0,1 mg mérési pontossággal

##### 5.2. Vékonyréteg-kromatográfiás eszközök és a következők:

##### 5.2.1. Fagyasztószekrény, amelynek tároló-hőmérséklete mínusz 20 °C és mínusz 25 °C között van

##### 5.2.2. Üveglapok, 200 mm × 200 mm-es

##### 5.2.3. UV-lámpa

##### 5.2.4. Üvegoszlop, 200 mm hosszú, belső átmérője 10 mm, üvegyapattal vagy üvegszűrő lappal ellátva, ennek hiányában kis üveg szűrőtölcsér is használható

##### 5.2.5. Eszközök az oldatok vékony csík vagy vonal formájában történő felviteléhez.

##### 5.3. Gázkromatográf elektronikus integrátorral, MSZ ISO 5508 szerint.

#### 6. A minta előkészítése

##### 6.1. Általános rész

A vizsgálandó minta mennyisége 50 g, amennyiben nagyobb mennyiségre nincs szükség.

## 6.2. A minta vizsgálat előtti előkészítése

A mintát vizsgálat előtt homogenizálni kell.

## 6.3. Tárolás

Az előkészített mintát állandóan egy jól zárható edényben kell tárolni.

## 7. A vizsgálat menete

### 7.1. A zsírsav-metilésztetek előállítása.

Kb. 400 mg olaj- vagy zsírmintából az MSZ ISO 5509 szerint zsírsavmetilészter oldatot állítunk elő, amely kb. 50 mg/ml zsírsavmetilésztert tartalmaz hexánban oldva.

### 7.2. Vékonyréteg-kromatográfia.

#### 7.2.1. A rétegek előállítása.

60 g szilikagélt (4.5.) és 120 ml ezüst-nitrát oldatot (4.7.) egy 500 ml-es gömblombikba mérünk és homogén szuszpenzió előállítása céljából egy percig rázzuk. A szuszpenziót a szokásos módon kb. 0,5 mm rétegvastagságban a lemezre felvisszük. A mennyiség 5 db 200 mm × 200 mm-es lemez befedésére elegendő. A lemezeket levegőn megszáritjuk (a legjobb kb. 30 percig sötétben végeznünk); utána kb. 2 óra 30 percig 100 °C-on szárítószekrényben szárítjuk, aktiváljuk. Az aktiválás után a lemezeket amilyen gyorsan csak lehet, használjuk fel, ha szükséges sötétben kell azokat tárolni és felhasználás előtt újból aktiválni.

Megjegyzés: 110 °C-os egyórás aktiválás elegendő, amennyiben a lemezek színe eközben nem sötétedik meg. Amennyiben az oldalhatást el akarjuk kerülni, úgy minden lemezre az oldalaktól és a felső szélétől 10 mm távolságra, a rétegre egy vonalat karcoljunk, mielőtt a lemezt használnánk.

#### 7.2.2. A metilészter felvitele.

Felvivőeszközzel (5.2.5.) a mintából előállított metilészter oldatból (7.1.) 50 µl-t felviszünk a rétegre kb. 50 mm-es vonalban, legalább 40 mm-re az oldalaktól és 10 mm-re a lemez alsó szélétől. Ezután felviszünk 100 µl-t a mintából előállított metilészter oldatot (7.1.) és az erukasav-metilészter oldatot (4.8.) 1:1 arányú keverékből. A lemez fényérzékenysége miatt az oldatok felvitelénél különös figyelemmel kell eljárni. A metilészter felvitele után a lemez alsó szélét dietil-éterbe meríthetjük addig, amíg az éterfront kb. 5 mm-rel a startvonal fölé emelkedik. Ezáltal a metilészter egy szűk csíkban koncentráldódik.

Megjegyzés: felvihetünk még 50 µl erukasav-metilészteroldatot (4.8.) a lemezre abból a célból, hogy kifejllesztés után az erukasav-metilésztert tartalmazó zónában az azonosítást megkönnyítsük (lásd: az ábrát).

#### 7.2.3. A kromatogram kifejllesztése

A megfelelő futtatószeret (4.10.) a futtatókádba öntjük úgy, hogy magassága 5 mm legyen, és a fedőt rátéve egy fagyasztószekrénybe tesszük (5.2.1.), amelynek hőmérséklete mínusz 25 °C, vagy ehhez közel álló hőfokú. Bizonyos esetben célszerű lehet a futtatókád kibélelése, pl. szűrőpapírral (kb. két óra múlva alkalmas a kromatogram kifejllesztésére).

A lemezt óvatosan a futtatókádba állítjuk és hagyjuk a folyadékot kb. a lemez magasságának feléig, kétharmadáig felfutni. A lemez kivétele után az oldószeret a lemezről gyenge nitrogénárammal elpárologtatjuk. Ezután a lemezt újra a futtatókádba tesszük, és hagyjuk a folyadékot a lemez felső széléig felfutni. Végül a lemezt újra kivesszük, és a fent leírtak szerint nitrogénárammal megszáritjuk, majd 2,7-diklór-fluoreszcein oldattal (4.11.) lepermetezzük.

UV-fényben lehet meghatározni a minta erukasav-metilészter zónáját, összehasonlítva az erukasav-metilésztert tartalmazó minta intenzívebb zónájával (lásd: az ábrát).

#### 7.2.4. A metilészter-frakció elkülönítése.

A minta erukasavmetilésztert tartalmazó zónáját a lemezről teljes mennyiségben lekaparjuk, és egy 50 ml-es lombikba tesszük.

Az erukasav-metilészter feletti és alatti szilikagélt, amely az összes többi zsírsavmetilészter frakciót tartalmazza, a lemezről hasonlóan lekaparjuk és egy másik 50 ml-es lombikba tesszük. Mindegyik lombikba 1,0 ml tetrakozánsav-metilésztert tartalmazó standard oldatot (4.9.) és 10 ml dietil-étert mérünk (4.3.). Összekeverjük és mindkét lombik tartalmát egyenként egy-egy kb. 1 g szilikagélt (4.6.) tartalmazó oszlopra, vagy üveg szűrőtölcsérré (5.2.4.) vesszük.

Az észter háromszor-négyszer 10 ml dietil-éterrel eluáljuk. Az eluátumokat kis lombikba gyűjtjük, gyenge nitrogénáramban az oldószer nagy részét óvatosan, kis részletekben elpárologtatjuk és azután kúpos végű üvegcsékbe átvisszük. A maradék oldószeret nitrogénáramban elpárologtatjuk, a metil-észter az üvegcsé aljában koncentráldódik.

Végül a metilésztert kb. 25–50 µl hexánban feloldjuk. (4.4.)

### 7.3. Gázkromatográfia

7.3.1. Az MSZ ISO 5508 szerint leírt módszer alapján 1–2 µl metilészteroldatot befecskendezünk.

- a) az erukasav-metilésztert tartalmazó frakcióból, és
- b) abból a frakcióból, amely a többi zsírsav-metilésztert tartalmazza.

7.3.2. Elektronikus integrátor segítségével a következő csúcs alatti területeket határozzuk meg:

7.3.2.1. az erukasav-metilésztert tartalmazó frakció kromatogramjából:

- a) erukasav-metilészter (E),
- b) belső standard ( $L_1$ ),
- c) az összes metilészter a belső standard nélkül (EF),

7.3.2.2. a többi zsírsav metilészterét tartalmazó frakció kromatogramjából:

- a) az összes metilészter a belső standard nélkül (RF),
- b) a belső standard ( $L_2$ ).

### 8. Az eredmények kiszámítása

#### 8.1. Számítás és képletek

8.1.1. A minta erukasav-tartalmát, amelyet mint metilésztert az összes metilészter százalékában fejezzük ki, a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{E}{L_1 \left( \frac{EF}{L_1} + \frac{RF}{L_2} \right)} \times 100$$

ahol:

E, EF, RF,  $L_1$ , és  $L_2$  a csúcs alatti területeket jelentik a 7.3.2. pontnak megfelelően, amelyeket szükség esetén egy hitelesítési faktorról korigáltunk.

A képlettel meghatározott erukasav-metilészter tartalom jelenti a minta erukasav-tartalmát az összes zsírsavra vonatkoztatva.

8.1.2. Ha a csúcs alatti területeket százalékban fejezzük ki, akkor EF és RF-ként a következő értékeket alkalmazhatjuk:

$$EF = 100 - L_1$$

$$RF = 100 - L_2$$

8.1.3. A 8.1.1. szerinti képlet feltételezi, hogy a minta tetrakozánsav-tartalma elhanyagolható. Ha a tetrakozánsav mennyisége mégis számottevő, úgy a tetrakozánsav értékét ( $L_2$ ), amelyet a maradék frakció kromatogramjából határoztuk meg, csökkenteni kell:

$$(L_2 - T_2)\text{-re}$$

ahol:

$$T_2 = \frac{T_0 \cdot P_2}{P_0} \text{ és}$$

$T_2$  = a mintából származó tetrakozánsav-metilészter csúcs alatti területe, amely a részterülete a többi zsírsav-metilészter frakcióban lévő belső standard csúcs alatti területének.

$P_2$  = a palmitinsav-metilészter csúcs alatti területe a többi zsírsavészter frakciójának kromatogramjában.

$T_0$  = a tetrakozánsav-metilészter csúcs alatti területe az összes zsírsavat tartalmazó eredeti minta metilésztereinek kromatogramjában.

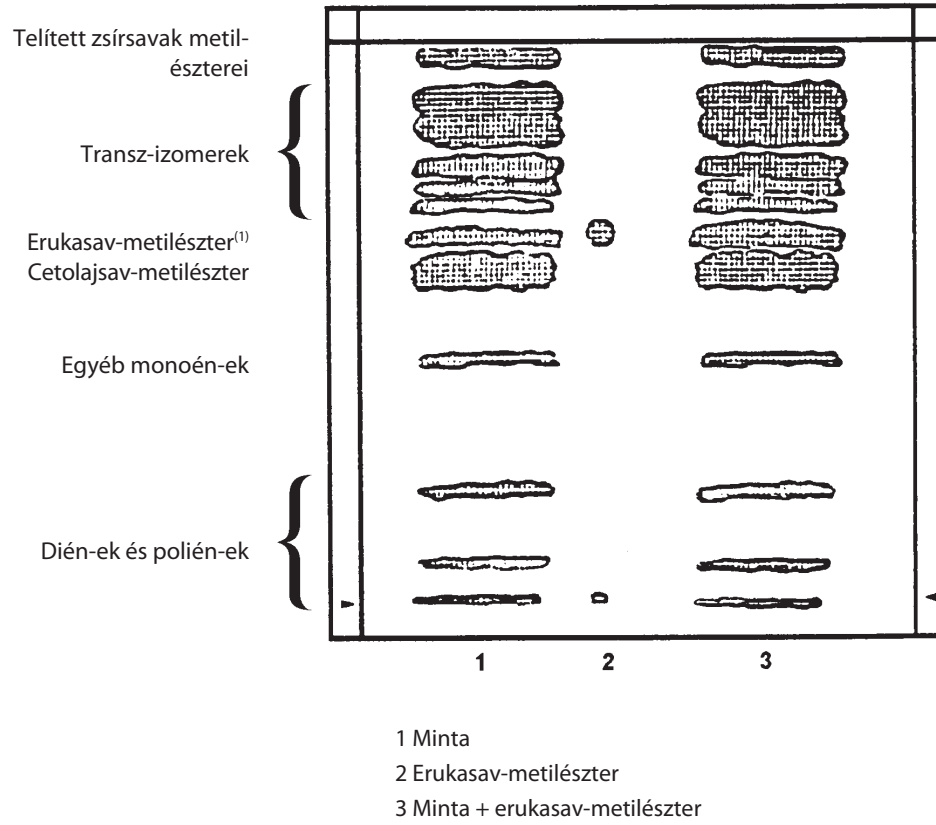
$P_0$  = a palmitinsav-metilészter csúcs alatti területe az összes zsírsavat tartalmazó eredeti minta metilésztereinek kromatogramjában.

### 9. Ismételhetség

Az ugyanazon a mintán, egy időben vagy gyors egymásutánban, azonos körülmények között, ugyanazon személy által elvégzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem haladhatja meg az eredmény 10%-át vagy 0,5 grammot 100 gramm mintában, a magasabb érték figyelembevételével.

## ÁBRA

Erukasav-, cetolajsav- és dokozénsav transz-izomerek metilésztereinek vékonyréteg-kromatogramja



<sup>(1)</sup> Az erukasav-metilészter-frakció egyéb, egy kettőskötést tartalmazó szénláncú zsírsav-metilésztereket is tartalmaz, de nem tartalmaz cetolajsav-metilésztert.”

5. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

„34. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

## **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-85/503 számú előírása az étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálati módszereiről**

### **A rész**

A B részben meghatározott összetevők vizsgálatához a C részben leírt módszereket kell alkalmazni.

### **B rész**

#### **Étkezési kazeinek és kazeinátok analitikai vizsgálata**

- I. Mintaelőkészítés és általános követelmények
- II. Víztartalom meghatározás
  - savkazeinben a C rész 1. módszere szerint
  - oltós kazeinben a C rész 1. módszere szerint
  - kazeinátban a C rész 1. módszere szerint
- III. Fehérjetartalom meghatározás
  - savkazeinben a C rész 2. módszere szerint
  - oltós kazeinben a C rész 2. módszere szerint
  - kazeinátban a C rész 2. módszere szerint
- IV. Titrálható savasság meghatározás
  - savkazeinben a C rész 3. módszere szerint
- V. Hamutartalom meghatározás (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve)
  - savkazeinben a C rész 4. módszere szerint
  - oltós kazeinben a C rész 5. módszere szerint
- VI. pH-érték meghatározás
  - kazeinátban a C rész 6. módszere szerint

### **C rész**

#### **Analitikai módszerek az étkezési kazein és kazeinát összetételének meghatározásához**

- I. Mintaelőkészítés és általános követelmények
  1. Minta előkészítése
    - 1.1. Általános követelmények

A laboratóriumi vizsgálatokhoz rendelkezésre álló minta mennyisége legalább 200 g legyen.
    - 1.2. A minta előkészítése a laboratóriumi vizsgálatához
      - 1.2.1. A mintát az edény állandó rázásával és forgatásával gondosan összekeverjük és az összes csomót eloszlatjuk (ehhez a mintát légmentesen zárható és elegendő befogadóképességű, a mintánál kétszer nagyobb térfogatú edénybe tesszük).
      - 1.2.2. Az alaposan összekevert mintából (1.2.1.) 50 g körüli reprezentatív mennyiséget a szitába (3.3.) teszünk.
      - 1.2.3. Ha az 50 g-ot a szita (3.3.) teljesen vagy majdnem teljesen (legalább 95% (m/m)-át) átengedi, úgy a 1.2.1. szerint járunk el.
      - 1.2.4. Ellenkező esetben az 50 g-ot egy darálóval (3.4.) addig aprítjuk, amíg a szitálási előírásoknak meg nem felel (1.2.3.). Az átszitált minta teljes mennyiségét rögtön légmentesen zárható és megfelelő méretű edénybe öntjük (a méret a minta térfogatának kétszerese legyen) és állandó rázással és forgatással összekeverjük. Ügyeljünk arra, hogy a folyamat alatt a minta nedvességtartalma ne változzon.
      - 1.2.5. Ha a mintát előkészítettük, a vizsgálatot a lehető leggyorsabban el kell végezni.
    - 1.3. Tárolóedény

A mintát lég- és nedvességmentesen zárható edényben kell tárolni.

2. Vegyszerek
  - 2.1. Vízre vonatkozó előírás
    - 2.1.1. Oldás, hígítás vagy mosás esetén, mindig desztillált vizet vagy azzal azonos minőségű vizet használjunk.
    - 2.1.2. Ahol az „oldás” vagy „hígítás” szó szerepel minden magyarázat nélkül, ott mindig „vizes oldatot” vagy „vízzel való hígítást” értünk.
  - 2.2. Vegyszerek tisztasága

Minden vegyszer analitikailag legtisztább minőségű legyen, ha nincs más előírás.
  3. Eszközök
    - 3.1. A szokásos laboratóriumi eszközök, különösképpen:
    - 3.2. Analitikai mérleg, legalább 0,1 mg leolvasási pontossággal
    - 3.3. Ellenőrző szita

Fedővel lezárt, fémhuzalszövet szita, átmérője 200 mm, névleges lyukbőssége 500 µm. A szitára és a huzalátmérőre megengedett eltérést az ISO 3310/1 szabvány tartalmazza. (Ellenőrző sziták. Műszaki követelmények és vizsgálat I. rész: Fémhuzalszövet ISO 3310/I–1975). A szitához egy gyűjtőedény tartozik.
    - 3.4. Daráló, amivel, szükség esetén (1.2.4.), a laboratóriumi minta túlzott felmelegedés, nedvességcsökkenés vagy -növekedés nélkül felaprítható.

Kalapácsos daráló nem alkalmazható.
  4. Az eredmények megadása

A vizsgálati jegyzőkönyvben megadott eredmény legalább két olyan meghatározás középértéke legyen, amelyek ismételhetsége az adott analitikai módszernek megfelel.

Ha nincs más előírás, az eredményeket tömegszázalékban [% (m/m)] kell megadni.
  5. Vizsgálati jegyzőkönyv

A vizsgálati jegyzőkönyvben az analitikai módszert és az eredményeket kell megadni. Kiegészítésként meg kell adni minden olyan részletet, amelyet a módszer nem ír elő, vagy választható, valamint azokat a körülményeket, amelyek az eredményeket befolyásolhatták. A jegyzőkönyvnek a minta azonosításához szükséges minden adatot tartalmaznia kell.
- II. Vizsgálati módszerek
  1. MÓDSZER

A víztartalom meghatározás

    1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a

      - savkazeinek,
      - oltós kazeinek,
      - kazeinátok

víztartalmának meghatározására szolgál.
    2. Fogalom meghatározás

A kazein és kazeinát víztartalma: a leírt módszer szerinti tömegvesztés.
    3. A módszer elve

102 ± 1 °C hőmérsékletű szárítószekrényben légköri nyomáson tömegállandóságig szárítva a minta visszamaradt tömegét határozzuk meg. A tömegvesztés a minta tömegének százalékában adjuk meg.
    4. Eszközök
      - 4.1. Analitikai mérleg
      - 4.2. Bemérőedények lapos aljjal, a kísérleti körülmények között nem rozsdásodó anyagból pl. nikkelből, alumíniumból, saválló acélból vagy üvegből. Fedelük szorosan záró, de könnyen levehető legyen. Megfelelő méretek: 60–80 mm, magasság kb. 25 mm.
      - 4.3. Szárítószekrény, légköri nyomáson működő, jól szellőző, 102 ± 1 °C hőmérsékletre termosztáttal beállítható. A hőmérséklet a szekrény minden pontján azonos legyen.
      - 4.4. Exsikkátor frissen aktivált nedvességindikátort tartalmazó szilikagéllel, vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel.
      - 4.5. Megfelelő szerszám az edények mozgatásához, pl. laboratóriumi edényfogó.

5. A vizsgálat menete
  - 5.1. A vizsgálandó minta előkészítése  
Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont.
  - 5.2. A bemérőedény előkészítése
    - 5.2.1. A fedetlen bemérőedényt és fedelét (4.2.) a  $102 \pm 1$  °C hőmérsékletre beállított szárítószekrényben (4.3.) legalább 1 óra hosszat szárítjuk.
    - 5.2.2. Ezután a fedelet az edényre helyezzük, a lezárt edényt exsikkátorba (4.4.) tesszük és a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük, ( $M_0$ ).
  - 5.3. Bemérés  
3–5 g vizsgálandó mintát (5.1.) a bemérőedénybe mérünk, az edényt a fedéllel lefedjük és tartalmát 0,1 mg pontossággal lemérjük ( $M_1$ ).
  - 5.4. Meghatározás
    - 5.4.1. A fedetlen bemérőedényt és a fedelet  $102 \pm 1$  °C hőmérsékletre beállított szárítószekrénybe (4.3.) helyezzük 4 órára.
    - 5.4.2. A fedelet újra az edényre helyezzük, az exsikkátorba (4.4.) tesszük, a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük.
    - 5.4.3. Végül a fedetlen edényt fedéllel együtt a szárítószekrényben 1 óra hosszat melegítjük, majd az 5.4.2. szerinti műveleteket megismételjük.
    - 5.4.4. Ha az 5.4.3. művelet után kapott tömeg az 5.4.2. művelet utáni tömegnél több, mint 1 mg-mal kisebb, az 5.4.3. pontban leírtakat megismételjük.  
Ha a tömeg növekszik, a számolásnál (6.) a legkisebb értéket vesszük figyelembe.  
A véglegesen elfogadott tömeg  $M_2$  g lesz.  
Az összes szárítási idő általában 6 óránál nem hosszabb.
6. Az eredmény kiszámítása  
A minta víztartalmát tömegszázalékban a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{M_1 - M_2}{M_1 - M_0} \cdot 100$$

ahol:

$M_0$  = az edény és a fedél együttes tömege g-ban az 5.2. művelet után,

$M_1$  = az edény, a fedél és a minta együttes tömege g-ban szárítás előtt (5.3.)

$M_2$  = az edény, a fedél és a minta együttes tömege szárítás után (5.4.3.) vagy (5.4.4.)

A víztartalmat 0,01% m/m pontossággal kell számítani.

7. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség nem lehet több, mint 0,1 g víz /100 g termék [0,1% (m/m)].

## 2. MÓDSZER

A fehérjetartalom meghatározása

1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer a

- savkazeinek,
- oltós kazeinek,
- kazeinátok

fehérjetartalmának meghatározására szolgál, kivéve az ammónium-kazeinátot vagy más ammónium- vagy nitrogén vegyületeket tartalmazó kazeinátokat.

2. Fogalom meghatározás

Fehérjetartalom: ezzel a módszerrel meghatározott nitrogéntartalom 6,38-as faktorral megszorozva, tömegszázalékban kifejezve.

3. A módszer elve

Ismert mennyiségű mintát kálium-szulfát és kénsav elegyével, réz(II)-szulfát katalizátor jelenlétében elroncsolunk, hogy a szerves nitrogént ammóniumsós nitrogénjévé alakítsuk. Az ammóniát desztilláljuk, bórsavoldatban felfogjuk, majd sósav mérőoldattal titráljuk. A nitrogéntartalmat 6,38-as faktorral szorozva fehérje-tartalommá számítjuk át.



4. Vegyszerek
  - 4.1. Kénsav, tömény sűrűsége 1,84 g/ml
  - 4.2. Kálium-szulfát, vízmentes ( $K_2SO_4$ )
  - 4.3. Réz(II)-szulfát-pentahidrát ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ )
  - 4.4. Szacharóz ( $C_{12}H_{22}O_{11}$ )
  - 4.5. Bórsav, 40 g/l oldat
  - 4.6. Nátrium-hidroxid, 30% (m/m) vizes oldat karbonátmentes
  - 4.7. Sósav, 0,1 mol/l
  - 4.8. Indikátorkeverék: 2 g/l, legalább 95% (v/v) etanolban oldott metilvörös oldatot és 1 g/l, legalább 95% (v/v) etanolban oldott metilénkék oldatot azonos térfogatarányban összekeverünk.
5. Eszközök
  - 5.1. Analitikai mérleg
  - 5.2. Kjeldahl-lombik, 500 ml-es
  - 5.3. Roncsolókészülék, amely a Kjeldahl lombikot (5.2.) ferde helyzetben tartja olyan melegítőberendezéssel, amellyel elkerülhető, hogy a folyadékfelszín feletti lombikrész felhevüljön
  - 5.4. Hűtő, egyenes belső csővel
  - 5.5. Biztonsági gömbbel ellátott visszafolyó cső, amely a hűtő alsó részéhez csiszolattal vagy gumicsővel csatlakozik. Amennyiben gumicsatlakozást használunk, az ne legyen túl hosszú.
  - 5.6. Desztilláló feltét, amely a Kjeldahl lombikhoz (5.2.) és a hűtőhöz (5.4.) puha, jól záró gumiból, vagy más megfelelő anyagból készült dugóval csatlakozik
  - 5.7. Erlenmeyer-lombik, 500 ml-es
  - 5.8. Mérőhenger, 50 ml-es és 100 ml-es
  - 5.9. Büretta, 50 ml-es, 0,1 ml-es osztással
  - 5.10. Forrást elősegítő anyag
    - 5.10.1. A roncsoláshoz: kis porcelándarabkák vagy üvegyöngyök
    - 5.10.2. A desztillációhoz: forrkő darabkák (csak egyszer használhatók)
      6. A vizsgálat menete
        - 6.1. A minta előkészítése  
Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont
        - 6.2. Elővizsgálat az ammónium-nitrogén ellenőrzésére  
Ha azt feltételezzük, hogy ammónium-kazeinát vagy más ammónium-vegyület van jelen, hajtsuk végre a következő elővizsgálatot:  
1 g mintához egy kis Erlenmeyer-lombikban 10 ml vizet és 100 mg magnézium-oxidot adunk. A lombik belső falára tapadt összes magnézium-oxidot az oldatba beleöblítjük és a lombikot parafadugóval lezárjuk. A dugó és az üvegnyak közé nedves vörös-lakmuszpapír csíkot helyezünk. A lombik tartalmát gondosan összerázzuk, és a lombikot 60–65 °C-os vízfürdőn melegítjük. Ha a lakmuszpapír 15 percen belül kékre színeződik, ammónia van jelen, és a módszer nem alkalmazható (lásd: 1. pont).
      - 6.3. Vakpróba  
A minta nitrogéntartalmának meghatározásával egyidőben 0,5 g szacharóz jelenlétében vakpróbát is készítünk ugyanazon készülékben, minden reagens ugyanazon mennyiségével és ugyanazzal az eljárással, mint amit a 6.5. pontban leírtunk; ha a vakpróba titrálásra 0,1 mol/l töménységű savból 0,5 ml-nél több fogy, a vegyszereket ellenőrizni kell és a szennyezetteket meg kell tisztítani, vagy ki kell cserélni.
      - 6.4. Bemérés  
Kjeldahl-lombikba (5.2.) 0,3–0,4 g vizsgálandó mintát (6.1.) 0,1 mg pontossággal bemérünk.

### 6.5. Meghatározás

- 6.5.1. A lombikba néhány porcellánderabkát vagy üveggyöngyöt (5.10.1.) és kb. 10 g vízmentes kálium-szulfátot (4.2.) adunk. Ezután hozzáadunk 0,2 g réz(II)-szulfátot (4.3.), a lombik nyakát vízzel utánaöblítjük, végül 20 ml tömény kénsavat (4.1.) és a lombik tartalmát összekeverjük.

A lombikot a roncsolókészüléken (5.3.) lassan melegítjük, amíg a habképződés meg nem szűnik. Lassan erősítjük a hevítést és addig folytatjuk, amíg az oldat már egyetlen fekete részecskét sem tartalmaz és halvány zöldeskék színű nem lesz. A lombikot melegítés közben időnként óvatosan összerázzuk.

A forralást úgy kell szabályozni, hogy a gőzök a lombik nyakának közepén kondenzálódjanak. A forralást a helyi túlmelegedést elkerülve 90 pecig folytatjuk. Végül a lombikot tartalmával együtt szobahőmérsékletre hűtjük. Azután óvatosan hozzáadunk 200 ml vizet és néhány darab forrkövet (5.10.2.), összekeverjük és újra lehűtjük.

- 6.5.2. Az Erlenmeyer lombikba (5.7.) 50 ml bórsavoldatot (4.5.) és 4 csepp indikátort (4.8.) adunk és tartalmát összekeverjük. A lombikot a hűtő (5.4.) alá csatlakoztatjuk úgy, hogy a lefolyócső vége (5.5) a bórsavoldatba merüljön. Mérőhengerrel (5.8.), 80 ml nátrium-hidroxid oldatot (4.6.) töltünk a Kjeldahl-lombikba. Ezalatt a lombikot megdöntve tartjuk úgy, hogy a nátrium-hidroxid oldat a lombik belső falán végigfolyva alsó réteget képezzen. Ezután a Kjeldahl-lombikot azonnal a feltét (5.6.) segítségével a hűtőhöz csatlakoztatjuk. A Kjeldahl-lombikot óvatosan megforgatjuk, hogy tartalma összekeveredjen. A felhabzás elkerülésére lassan melegítjük.

A desztillációt 150 ml desztillátum összegyűléséig – kb. 30 percen keresztül – folytatjuk. A desztillátum hőmérséklete 25 °C alatt legyen. Kb. 2 perccel a desztilláció befejezése előtt az Erlenmeyer-lombikot úgy süllyesztjük, hogy a cső vége már ne érjen bele a savoldatba, a cső végét kevés vízzel leöblítjük. A melegítést befejezzük, eltávolítjuk a csövet úgy, hogy mind a belső, mind a külső falát kevés vízzel leöblítjük és az öblítővizet az Erlenmeyer-lombikban felfogjuk.

- 6.5.3. Az Erlenmeyer lombikban felfogott desztillátumot 0,1 mol/l töménységű sósavoldattal (4.7.) megtitraljuk.

### 7. Az eredmények kiszámítása

A minta fehérjetartalmát tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel határozzuk meg:

$$\frac{(V_1 - V_2) \cdot T \cdot 14 \cdot 100 \cdot 6,38}{m \cdot 1000} = \frac{8,932 \cdot (V_1 - V_2) \cdot T}{m}$$

ahol:

$V_1$  = a meghatározáshoz (6.5.) fogyott sósav mérőoldat (4.7.) térfogata ml-ben

$V_2$  = a vakpróbára (6.3.) fogyott sósav mérőoldat (4.7.) térfogata ml-ben

T = a sósav mérőoldat (4.7.) faktora

m = a bemért minta tömege g-ban

A fehérjetartalmat 0,1% (m/m) pontossággal kell megadni.

### 8. Ismételtelhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,5 g fehérje/100 g termék [0,5% (m/m)].

## 3. MÓDSZER

A titrálható savasság meghatározása

### 1. Tárgy és alkalmazási terület

A módszer a savkazein titrálható savasságának meghatározására szolgál.

### 2. Fogalommeghatározás

Titrálható savasság: 0,1 mol/l töménységű nátrium-hidroxid mérőoldat ml-ben mért térfogata, amely a termék 1 g-ja vizes extraktumának közömbösítéséhez szükséges.

### 3. A módszer elve

A minta 60 °C-on kivont vizes extraktumát szűrjük. A szűrletet nátrium-hidroxid mérőoldattal fenolftalein indikátor jelenlétében megtitraljuk.

### 4. Vegyszerek

Az eljáráshoz vagy a reagensekhez szükséges vizet előzetesen 10 percen át forralva szén-dioxid-mentesíteni kell.

- 4.1. Nátrium-hidroxid mérőoldat, 0,1 mol/l

- 4.2. Fenolftalein indikátor 10 g/l, etanolos oldat 95% (v/v), közömbösített

5. Eszközök
  - 5.1. Analitikai mérleg
  - 5.2. Erlenmeyer-lombik, 500 ml-es, becsiszolt dugóval
  - 5.3. Pipetta, 100 ml-es
  - 5.4. Pipetta, 0,5 ml indikátoroldat (4.2.) adagolására
  - 5.5. Erlenmeyer lombik, 250 ml-es
  - 5.6. Mérőhenger, 250 ml-es
  - 5.7. Büretta, 0,1 ml osztással
  - 5.8. Vízfürdő, hőmérséklete  $60 \pm 2$  °C-ra szabályozható
  - 5.9. Megfelelő szűrő
6. A vizsgálat menete
  - 6.1. A vizsgálandó minta előkészítése  
(Lásd: az I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont)
  - 6.2. Bemérés  
Kb. 10 g mintát (6.1.) 10 mg pontossággal lemérünk és Erlenmeyer-lombikba (5.2.) tesszük.
  - 6.3. Meghatározás  
250 ml-es mérőhengerrel (5.6.) 200 ml frissen kiforralt és lehűtött, majd 60 °C-ra melegített vizet Erlenmeyer-lombikba mérünk. A lombikot lezárjuk, rázással összekeverjük és 60 °C-ra beállított vízfürdőben (5.8.) 30 percen keresztül melegítjük. A lombikot 10 perces időközönként összerázzuk. Szűrjük és a szűrletet 20 °C-ra lehűtjük. A szűrlet tiszta legyen. A lehűtött szűrlet 100 ml-ét pipettával (5.3.) Erlenmeyer-lombikba (5.5.) mérjük. Pipettával (5.4.) hozzáadunk 0,5 ml fenolftalein indikátor-oldatot (4.2.). Addig titráljuk a nátrium-hidroxid mérőoldattal (4.1.), amíg halvány rózsaszínű nem lesz, és a szín legalább 30 másodpercig meg is marad. A fogyott mennyiséget 0,01 ml pontossággal leolvassuk és feljegyezzük.
7. Az eredmény kiszámítása  
A kazein titrálható savasságát a következő képlettel számítjuk ki:  
$$\frac{20 \cdot V \cdot T}{m}$$
ahol:  
V = a fogyott normál nátrium-hidroxid oldat (4.1.) térfogata, ml-ben  
T = a nátrium-hidroxid oldat faktora (4.1.), mol/l  
m = a bemért minta tömege, g-ban  
A titrálható savasságot két tizedes pontossággal fejezzük ki.
8. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,02 ml 0,1 mol/l nátrium-hidroxid mérőoldat/1 g termék.

#### 4. MÓDSZER

A hamutartalom meghatározás (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve)

1. Tárgy és alkalmazási terület  
A módszer a savkazein hamutartalmának (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve) meghatározására szolgál.
2. Fogalom meghatározás  
Hamutartalom (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve): a következőkben leírt módszerrel meghatározott hamutartalom.
3. A módszer elve  
A vizsgálandó mintát 825 ± 25 °C-on az összes szerves eredetű foszfort megkötő magnézium-acetát jelenlétében elhamvasztjuk. A hamutartalmat a maradék és a magnézium-acetátból származó hamu mennyiség különbsége adja.
4. Vegyszerek
  - 4.1. Magnézium-acetát-tetrahidrát oldat, 120 g/l  
A magnézium-acetát-tetrahidrát /Mg(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub> · 4H<sub>2</sub>O/ 120 g-ját vízben oldjuk, és 1 literre feltöltjük.

5. Eszközök
  - 5.1. Analitikai mérleg
  - 5.2. Pipetta, 5 ml-es
  - 5.3. Izzítótégely, kvarcból vagy platinából, átmérője kb. 70 mm, magassága 25–50 mm
  - 5.4. Szárítószekrény,  $102 \pm 1$  °C-ra beállítható
  - 5.5. Izzítókemence,  $825 \pm 25$  °C-ra beállítható
  - 5.6. Vízfürdő, forrásban tartható
  - 5.7. Exszikkátor, nedvességre érzékeny indikátort tartalmazó frissen aktivált szilikagéllel vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel.
6. A vizsgálat menete
  - 6.1. A vizsgálandó minta előkészítése  
Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények 1.2. pont.
  - 6.2. Az izzítótégely előkészítése  
Két izzítótégelyt a  $825 \pm 25$  °C-ra beállított izzítókemencében (5.5.) 30 percig hevítünk. Azután az izzítótégelyeket exszikkátorban (5.7.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.
  - 6.3. Bemérés  
A fenti módon előkészített izzítótégelybe (A) kb. 3 g vizsgálandó mintát (6.1.) 0,1 mg pontossággal bemérünk.
  - 6.4. Meghatározás  
Az izzítótégelybe (A) pipettával (5.2.) pontosan 5 ml magnézium-acetát oldatot (4.1.) adunk úgy, hogy az egész minta átnedvesedjen, ezután 20 percig állni hagyjuk.  
Egy másik előkészített izzítótégelybe (B) pipettával (5.2.) pontosan 5 ml magnézium-acetát oldatot (4.1.) adunk. Mindkét izzítótégely (A és B) tartalmát forrásban lévő vízfürdőn (5.6.) szárazra pároljuk.  
Mindkét izzítótégelyt 30 percre a  $102 \pm 1$  °C-ra beállított szárítószekrénybe (5.4.) helyezük. Az A jelű izzítótégely tartalmát kis lánggal melegített forró lapon vagy infravörös lámpa alatt addig hevítjük, amíg a vizsgálandó anyagmennyiség teljesen el nem szenesedik. Ügyeljünk arra, hogy a tartalma lángra ne lobbanjon.  
Mindkét tégelyt (A és B)  $825 \pm 25$  °C-ra beállított izzítókemencébe (5.5.) tesszük és legalább 1 óra hosszat a kemencében hagyjuk, míg az A tégelyben elszenesedett részeket már nem találunk. Mindkét izzítótégelyt exszikkátorban (5.7.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük, majd 0,1 mg pontossággal mérjük.  
Az elektromos izzítókemencében (5.5.) történő hevítést a lehűtést és a mérést mindaddig ismétljük, amíg a tömeg 1 mg pontossággal állandó marad, vagy növekedni nem kezd. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.
7. Az eredmény kiszámítása  
A minta hamutartalmát ( $P_2O_5$ -ot beleértve) tömegszázalékban kifejezve a következő képlettel számítjuk:

$$\frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \cdot 100$$

ahol:

$m_0$  = a bemért minta tömege g-ban,

$m_1$  = az A izzítótégely és a maradék tömege g-ban,

$m_2$  = az előkészített A tégely tömege g-ban,

$m_3$  = a B izzítótégely és a maradék tömege g-ban,

$m_4$  = az előkészített B izzítótégely tömege g-ban.

Az eredményeket 0,01% (m/m) pontossággal adjuk meg.

#### 8. Ismételhetőség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,1 g/100 g termék [0,1% (m/m)] lehet.

## 5. MÓDSZER

A hamutartalom meghatározása (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot is beleértve)

### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a módszer oltós kazeinben lévő hamutartalom meghatározására szolgál.

### 2. Fogalom meghatározás

A hamutartalom (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve): ezzel a módszerrel meghatározott hamutartalom.

### 3. A módszer elve

A minta ismert mennyiségét 825 ± 25 °C-on tömegállandóságig hamvasztjuk. A maradékot mérjük és az eredményt a minta tömegszázalékában adjuk meg.

### 4. Eszközök

#### 4.1. Analitikai mérleg

#### 4.2. Izzítótégely kvarcból vagy platinából, átmérője kb. 70 mm, magassága 25–50 mm

#### 4.3. Elektromos izzítókemence 825 ± 25 °C-ra szabályozható

#### 4.4. Exszikkátor, nedvességre érzékeny indikátort tartalmazó frissen aktivált szilikagéllel, vagy azonos hatékonyságú szárítóközeggel

### 5. A vizsgálat menete

#### 5.1. A vizsgálandó minta előkészítése

Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános körülmények (1.2. pont).

#### 5.2. Az izzítótégely előkészítése

Az izzítótégelyt a 825 ± 25 °C-ra beállított elektromos izzítókemencében (4.3.) 30 percen keresztül izzítjuk. Ezután exszikkátorban (4.4.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük.

#### 5.3. Bemérés

A fenti módon előkészített izzítótégelybe a vizsgálandó mintából (5.1.) közvetlenül vagy visszaméréssel kb. 3 g-ot 0,1 mg pontossággal bemérünk.

#### 5.4. Meghatározás

Az izzítótégelyt tartalmával együtt kis lángon vagy infravörös lámpával a mintamennyiség teljes elszenesedéséig hevítjük. Ügyeljünk arra, hogy a tartalom lángra ne lobbanjon.

Ezután az izzítótégelyt 825 ± 25 °C hőmérsékletre beállított elektromos izzítókemencébe (4.3.) tesszük és legalább 1 óra hosszat, az izzítótégelyben lévő szénrészecskék teljes eltűnéséig hevítjük.

Ezután az izzítótégelyt exszikkátorban (4.4.) a mérlegszoba hőmérsékletére hűtjük és 0,1 mg pontossággal mérjük. Az izzítást, a lehűtést és a mérést addig ismételjük, amíg a tömeg 1 mg pontossággal állandó marad, vagy növekedni nem kezd. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.

### 6. Az eredmény kiszámítása

A minta hamutartalmát (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-ot beleértve) tömegszázalékban a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{m_1 - m_2}{m_0} \cdot 100$$

ahol:

m<sub>0</sub> = a bemért minta tömege mg-ban,

m<sub>1</sub> = az izzítótégely és a maradék tömege mg-ban,

m<sub>2</sub> = az izzítótégely tömege mg-ban.

Az eredményeket 0,01% (m/m) pontossággal adjuk meg.

### 7. Ismételhetség

Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,15 g/100 g termék [0,15% (m/m)] lehet.

## 6. MÓDSZER

### A pH-érték meghatározása

1. Tárgy és alkalmazási terület  
Ez a módszer a kazeinát pH-értékének meghatározására szolgál.
2. Fogalommeghatározás  
A kazeinát pH-értéke: a kazeinát vizes oldatának 20 °C-on ezzel a módszerrel meghatározott pH-értéke.
3. A módszer elve  
A kazeinát vizes oldata pH-értékének elektrometriás meghatározása pH-mérővel.
4. Vegyszerek  
A vegyszerek elkészítéséhez vagy a vizsgálathoz (6.) felhasznált vizet közvetlenül a felhasználás előtt desztillálni és a széndioxid-abszorpció ellen védeni kell.
- 4.1. Puffer-oldat a pH-mérő (5.2.) kalibrálásához  
Két standard puffer-oldatot használunk, amelyeknek pH-értéke 20 °C-on két tizedesjegy pontossággal ismert. Az egyik pH-értéke kisebb, a másiké nagyobb legyen, mint a vizsgálandó mintáé. Például 4 körüli pH-jú ftalát-puffer-oldatot, és 9 körüli pH-jú bórax-puffer-oldatot használhatunk.
5. Eszközök
  - 5.1. Mérleg, leolvasási pontossága 0,1 mg
  - 5.2. pH-mérő, leolvasási pontossága 0,05 pH egység, megfelelően hitelesített üveg-, kalomel vagy más vonatkoztatási elektróddal
  - 5.3. Hőmérő, leolvasási pontossága 0,5 °C
  - 5.4. Erlenmeyer-lombik, 100 ml-es, becsiszolt üveg dugóval
  - 5.5. Főzőpohár, 50 ml-es
  - 5.6. Keverő
  - 5.7. Főzőpohár a keveréshez (5.6.), térfogata legalább 250 ml
6. A vizsgálat menete
  - 6.1. A vizsgálandó minta előkészítése  
Lásd: I. Mintaelőkészítés és általános követelmények (1.2. pont).
  - 6.2. Meghatározás
    - 6.2.1. A mérőműszer hitelesítése  
A puffer-oldatok (4.1.) hőmérsékletét 20 °C-ra állítjuk be és a pH-mérőt a használati utasításnak megfelelően hitelesítjük.  
Megjegyzések:
      1. A hitelesítést addig kell elvégezni, amíg a vizsgálandó oldatot 20 percig állni hagyjuk (6.2.2.).
      2. Ha mintasorozatot vizsgálunk, a pH-mérő egy vagy több standard oldattal végzett hitelesítését legalább 30 percenként meg kell ismételni.
    - 6.2.2. A vizsgálandó oldat előkészítése  
A főzőpohárba (5.7.) 95 ml vizet engedünk, hozzáadunk 5 g vizsgálandó mintát (6.1.) és a keverővel (5.6.) 30 másodpercig keverjük. 20 percig 20 °C-on állni hagyjuk; közben a főzőpoharat óraüveggel lefedjük.
    - 6.2.3. A pH-érték meghatározása  
Az oldatból körülbelül 20 ml-t a főzőpohárba (5.5.) viszünk és a pH-mérővel (5.2.) az oldat pH-értékét azonnal mérjük. A pH-mérő üvegelektrodját előzőleg vízzel gondosan öblítsük le. A kazeinát vizes oldatának pH-értékét a pH-mérő skáláján legalább 2 tizedes pontossággal leolvassuk és feljegyezzük.
  7. Ismételhetőség  
Ugyanabból a mintából, azonos vizsgáló által, azonos körülmények között, egyidőben vagy közvetlenül egymás után végzett két meghatározás eredménye közötti különbség legfeljebb 0,05 pH-érték lehet.”

6. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez  
„35. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-86/424 számú előírása az étkezési kazeinek és kazeinátok mintavételi módszereiről**

A Magyar Élelmiszerkönyv 1-3-83/417 előírás szerinti étkezési kazeinek és kazeinátok vizsgálatához szükséges mintavételt az alábbi eljárások szerint kell elvégezni.

- I. Általános előírások
  1. Adminisztratív előírások
    - 1.1. A mintavevőre vonatkozó előírás  
A mintavételt az érvényes előírásoknak megfelelően képzett és meghatalmazott személy végezze.
    - 1.2. A minták lezárása és jelölése  
Minden hivatalos mintát a vétel helyszínén le kell zárni, le kell pecsételni és az azonosításhoz szükséges adatokat fel kell tüntetni rajta.
    - 1.3. Párhuzamos minták  
A vizsgálatokhoz legalább két azonos, reprezentatív mintát kell egyidejűleg venni. A mintákat a mintavétel után a lehető leghamarabb el kell küldeni a laboratóriumba.  
Az egyik minta ellenmintaként szolgál.
    - 1.4. Mintavételi jegyzőkönyv  
A mintához mintavételi jegyzőkönyvet kell mellékelni. A jegyzőkönyvet a mintavétellel megbízott és tanúként jelen lévő személyek írják alá. A jegyzőkönyvnek a következőket kell tartalmaznia:
      - a) a mintavétel helyét, dátumát, időpontját,
      - b) a mintavevő személy és a tanú nevét,
      - c) a mintavétel pontos leírását,
      - d) a szállítmányt alkotó tételek fajtáját, számát, kódját,
      - e) annak a tételnek az azonosítási számát, amelyből a mintát vették,
      - f) a tételből vett minták számát, utalva arra a tételre, amelyből a minták származnak,
      - g) a helyet, ahová a mintát küldeni kell,
      - h) a gyártó vagy a csomagolásért felelős személy nevét és címét.
  2. Mintavevő eszközök  
Minden eszköz legyen alkalmas a mintavételre, és ne okozzon a mintában semmilyen, a vizsgálat eredményét befolyásoló változást. Rozsdamentes acélból készült eszközök használata ajánlott.  
Minden felület sima, karcmentes, minden sarok legömbölyített legyen. A mintavevő eszközök feleljenek meg az egyes vizsgálandó termékekre érvényes követelményeknek.
  3. Mintatároló edények  
A mintatároló edények és fedelük olyan anyagból, olyan kialakítással készüljenek, hogy védjék a mintát minden olyan lehetséges változástól, ami a vizsgálatok eredményét befolyásolhatja. Az alkalmas anyagok közé tartozik az üveg, egyes fémek és egyes műanyagok. Az edények átlátszatlansága előnyös. Ha fényáteresztő edényeket használunk, mintával megtöltve sötét helyen tároljuk. Az edények és a fedők tiszták és szárazak legyenek.  
Felhasználhatók eldobható műanyag edények, alumíniumfóliával rétegezett műanyagból készült edények és megfelelő zárással ellátott alkalmas műanyag zacskók. A műanyag zacskókon kívül a többi edény légmentesen zárható legyen, vagy alkalmas dugóval, vagy, szükség esetén, nedvességet szigetelő, nem oldódó, nem abszorbeáló és zsírnak ellenálló műanyagbevonattal ellátott menetes fém/műanyag kupakkal azért, hogy a minta szagának, ízének, tulajdonságainak vagy összetételének bármilyen változását elkerüljük. Ha dugót használunk, az nem abszorbeáló, szagmentes anyagból készüljön.
  4. A mintavétel technikája  
A mintatároló edényt a mintavétel után azonnal zárjuk le.
  5. A minták tárolása  
A különböző kazein- és kazeinát-minták tárolási hőmérséklete ne haladja meg a 25 °C-ot.

## 6. A minták szállítása

A mintákat a mintavétel után a lehető leggyorsabban (lehetőség szerint 24 órán belül) el kell juttatni a vizsgáló laboratóriumba. A szállítás alatt gondoskodni kell arról, hogy a légnemű szennyeződések, a közvetlen napfény és a 25 °C feletti hőmérséklet okozta károsodásokat elkerüljük.

## II. Étkezési kazeinek és kazeinátok mintavételi módszerei

### 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ezek a módszerek

- étkezési savkazeinek,
- étkezési oltós kazeinek,
- étkezési kazeinátok

mintavételére szolgálnak.

### 2. Eszközök

Lásd: I. Általános előírások, 2. pont.

2.1. Szűrő mintavevők, amelyek elegendő hosszúak ahhoz, hogy a terméket tartalmazó tartály aljáig leérjenek. A szűrő mintavevők leírása a III. fejezetben található.

2.2. Kanál vagy széles végű spatula

2.3. Mintatároló edények

Lásd: I. Általános előírások, 3. pont.

### 3. Mintavételi eljárás

#### 3.1. Általános előírások

Mindent el kell követni, hogy a vizsgálandó minta vétele előtt és alatt az edény és a minta által felvett légnedvesség a lehető legkisebb legyen. Az edényt a mintavétel után újból gondosan zárjuk le.

#### 3.2. Mintavétel

##### 3.2.1. Mintavétel kémiai vizsgálathoz

A kivett minta mennyisége legalább 200 g legyen. A tiszta és száraz szűrő mintavevőt a terméken keresztülvetjük, szükség esetén a tartályt megdöntjük vagy oldalára fektetjük. A szűrő mintavevő nyílását lefelé irányítjuk, a bevezetés egyenes legyen. Ha a szűrő mintavevő a tartály alját elérte, 180°-kal elfordítjuk, kihúzzuk és tartalmát a mintatároló edénybe töltjük. A 200 g-os mennyiséghez egy vagy több mintavétel szükséges. Mihelyt összegyűlt az elegendő minta mennyiség, a mintatároló edényt azonnal lezárjuk.

##### 3.2.2. Mintavétel fogyasztói csomagokból

Sértetlen, bontatlan csomagot kell mintaként kivenni. Lehetőleg azonos gyártásból származó, vagy azonosan megjelölt csomagokat vegyünk ki. A minta összes mennyisége legalább 200 g legyen.

Ha ez a mintavétel nem megoldható, más, reprezentatív mintát adó módszert is lehet alkalmazni. Amennyiben azonban az instant tulajdonságok meghatározása szükséges, mindig ezt a mintavételi eljárást alkalmazzuk.

##### 3.2.3. A minta megőrzése, tárolása és szállítása

Lásd: I. Általános előírások, 5. és 6. pont.

## III. Szűrő mintavevők étkezési kazeinek és kazeinátok mintavételéhez

### 1. Szűrő mintavevő fajták

A típus: hosszú

B típus: rövid

(Lásd az ábrát)

### 2. Anyagok

A hengeres test és a fogantyú polírozott fémből, lehetőleg rozsdamentes acélból készüljön. A hosszú szűrő mintavevő markolata rozsdamentes acélból készüljön. A rövid szűrő mintavevő markolata levehető, fából, vagy műanyagból készült, a tulajdonképpeni szűrő mintavevőhöz bajonettzárral csatlakozik.

### 3. Kívitel

3.1. A szűrő mintavevő alakja, anyaga és megmunkálása olyan legyen, hogy az könnyen tisztítható és szükség esetén sterilizálható legyen.

3.2. Az A típusú szűrő mintavevő hengeres testének széle elegendően éles legyen ahhoz, hogy kaparóként szolgáljon.

3.3. A szűrő mintavevő hegye elég éles legyen, hogy a mintavételt megkönnyítse.



## 4. Fő méretek

A szűrő mintavevők feleljenek meg a következő táblázatban feltüntetett méreteknek, 10% tűréssel:

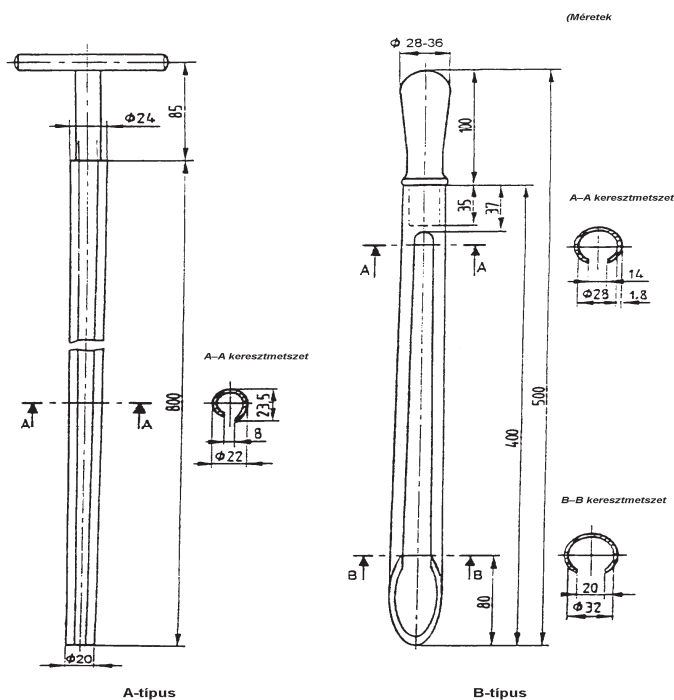
	Méretek milliméterben	
	A típus hosszú	B típus rövid
A szűrő mintavevő hossza	800	400
A fémlap vastagsága	1–2	1–2
A szűrő mintavevő belső átmérője a csúcsnál	18	32
A szűrő mintavevő belső átmérője a nyél alatt	22	28
Résszélesség a csúcsnál	4	20
Résszélesség a nyél alatt	14	14

## 5. Használati utasítás a szűrő mintavevőkhöz

- 5.1. Többé-kevésbé könnyen folyó porokba a szűrő mintavevők függőlegesen vezethetők be. Az A típusú szűrő mintavevő forgatással teljesen megtölthető és függőlegesen visszahúzható. A B típusú szűrő mintavevő a bevezetés alatt már teljesen megtelik, visszahúzáskor azonban megfelelő helyzetben kell tartani, hogy a veszteséget az alsó végén elkerüljük.
- 5.2. Többé-kevésbé szabadon folyó poroknál a tartályt megdöntjük és a szűrő mintavevőt majdnem vízszintesen, réssel lefelé vezetjük be, majd réssel felfelé húzzuk ki.

## ÁBRA

Szűrő mintavevő kazeinek és kazeinátok mintavételére  
(méretek mm-ben)



7. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

„36. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

### **A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-87/524 számú előírása a sűrített tej és tejporfélék mintavételi módszereiről**

Az étkezési sűrített tej és a tejpor vizsgálatához szükséges mintavételt a következőkben leírtak szerint kell elvégezni.

- I. Általános előírások
  1. Adminisztratív előírások
    - 1.1. A mintavevőre vonatkozó előírás  
A mintavételt az érvényes előírásoknak megfelelően képezített és felhatalmazott személy végezze.
    - 1.2. A minták lezárása és jelölése<sup>2</sup>  
Minden hivatalos mintát a vétel helyszínén le kell pecsételni és az előírások szerint megjelölni.
    - 1.3. Párhuzamos minták  
A vizsgálatokhoz legalább két azonos mintát kell egyidejűleg venni.  
Az egyik minta ellenmintaként szolgál.  
A mintákat a mintavétel után a lehető leghamarabb el kell küldeni a laboratóriumba.
    - 1.4. Jegyzőkönyv  
A mintához mintavételi jegyzőkönyvet kell mellékelni.  
A jegyzőkönyvet a mintavétellel megbízott és tanúként jelenlévő személyek írják alá. A jegyzőkönyvnek a következőket kell tartalmaznia:
      - a) a mintavétel helye, dátuma, időpontja,
      - b) a mintavevő személy és a tanú neve,
      - c) a mintavétel pontos leírása,
      - d) a szállítmányt alkotó tételek fajtája, száma, kódja,
      - e) annak a tételnek az azonosítási száma, amiből a mintát vették,
      - f) a tételből vett minták száma, utalva arra a tételre, amiből a minták származnak,
      - g) a hely, ahová a mintát küldeni kell,
      - h) a gyártó vagy a csomagolásért felelős személy neve és címe.
  2. Mintavevő eszközök  
Minden eszköz legyen alkalmas a mintavételre, és ne okozzon a mintában semmilyen, a vizsgálat eredményét befolyásoló változást. Rozsdamentes acélból készült eszközök használata ajánlott, melyek felülete sima, karcmentes, minden sarok legömbölyített legyen.  
A mintavevő eszközök feleljenek meg az egyes vizsgálandó termékekre érvényes követelményeknek.
  3. Mintatároló edények  
A mintatároló edényeket és fedelüket olyan anyagból, olyan kialakítással kell készíteni, hogy védjék a mintát minden olyan lehetséges változástól, ami a vizsgálatok eredményét befolyásolhatja. Az alkalmas anyagok közé tartozik az üveg, egyes fémek és egyes műanyagok. Az edények átlátszatlansága előnyös. Ha fényáteresztő edényeket használunk, a mintával megtöltve sötét helyen tároljuk azokat.  
Az edények és a fedők tiszták és szárazak legyenek. Az edények alakja és térfogata feleljen meg a vizsgálandó termékekre érvényes követelményeknek.  
Felhasználhatók eldobható műanyag edények, alumíniumfóliával rétegezett műanyagból készült edények és megfelelő zárással ellátott alkalmas műanyagzacskók. A műanyagzacskókon kívül a többi edény légmentesen zárható legyen vagy erre alkalmas dugóval, vagy szükség esetén nedvességet szigetelő, nem oldódó, nem abszorbeáló, zsírnak ellenálló műanyag bevonattal ellátott, menetes fém/műanyag kupakkal, azért hogy a minta szagának, ízének, tulajdonságainak vagy összetételének bármilyen változását elkerüljük.  
Ha dugót használunk, az nem abszorbeáló, szagmentes anyagból készüljön.

## 4. A mintavétel technikája

A mintatároló edényt a mintavétel után azonnal zárjuk le.

## 5. A minták tárolása

A tárolási hőmérséklet a minták elszállítását megelőzően ne haladja meg a 25 °C-ot.

## 6. A minták szállítása

A mintákat a mintavétel után a lehető leggyorsabban (lehetőség szerint 24 órán belül) el kell juttatni a vizsgáló laboratóriumba. A szállítás alatt gondoskodni kell arról, hogy a légnemű szennyeződések, a közvetlen napfény és a 25 °C feletti hőmérséklet okozta károsodásokat elkerüljük.

## II. 1. MÓDSZER: mintavétel sűrített tejből

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

A módszert a következő tejfélék kémiai vizsgálatához szükséges minta vételére alkalmazzuk:

- cukrozatlan sűrített nagy zsírtartalmú tej,
- cukrozatlan sűrített tej,
- cukrozatlan sűrített félszíros tej,
- cukrozatlan sűrített sovány tej,
- cukrozott sűrített tej,
- cukrozott sűrített félszíros tej,
- cukrozott sűrített soványtej,

## 2. Eszközök

## 2.1. Általános megjegyzések

Lásd: I. Általános előírások, 2. pont.

## 2.2. Perforált tárcsás, és egyéb keverők

A keverők a nagymennyiségű folyadékok átkeveréséhez, örvénylő mozgás keltéséhez elegendő nagy felületűek legyenek, azonban ne segítsék elő az avas íz és szag kifejlődését.

A tartályok különféle formája és nagysága miatt nem létezik minden célra megfelelő keverő. A keverőt úgy kell kialakítani, hogy a tartály belső felületét a keverés során ne karcolja fel. Az eszközöket az I. Általános előírások 2. pontja írja le. Vödörben, kannában lévő folyadékok keverésére alkalmas keverő (lásd: 1. ábra) tájékoztató méretei: 150 mm átmérőjű tárcsa, 100 mm átmérőjű kör mentén elhelyezkedő hat, egyenként 12,5 mm átmérőjű lyukkal. A középpontban olyan nem-fém rúd csatlakozik, amelynek a másik végén hurokszerű fogantyú van. A rúd hossza fogantyúval együtt kb. 1 méter.

Kis tartályokhoz alkalmas keverő közelítő méretei (lásd: 2. ábra): legalább 2 m hosszú rúdhoz 300 mm átmérőjű tárcsa csatlakozik; a tárcsán 230 mm átmérőjű kör mentén 12, egyenként 30 mm átmérőjű lyuk található. Nagy tartályok mechanikus keveréséhez tiszta sűrített levegő ajánlott. A lehető legkisebb légnyomást és a legkisebb levegőmennyiséget alkalmazzuk az avas íz és szag kifejlődésének elkerülésére.

Megjegyzés: A tiszta sűrített levegőn az összes szennyeződéstől (beleértve az olajat, vizet és port) megtisztított levegőt értjük.

## 2.3. Keverő

A keverőnek széles lapátja legyen és érjen le az edény aljáig. A keverő egyik oldala pontosan illeszkedjék a tartály alakjához (lásd: 3. ábra).

## 2.4. Merítőkanál

Mintavételre alkalmas méretű és formájú merítőkanalat mutat be a 4. ábra. A merítőkanálnak legalább 150 mm hosszú merev nyele legyen, térfogata pedig legalább 50 ml. Előnyös, ha a nyél hajlított végű. A csatlakozások formája lehetővé teszi egymásba illesztett tárolásukat.

Alkalmazható még az előbbivel azonos térfogatú, jellel öt azonos térfogatszakra osztott, hengeres merítőkanál is, amely több edényben érkező áru mintavételét könnyíti meg.

## 2.5. Keverő rúd

Hengeres, kb. 1 m hosszú, 35 mm átmérőjű.

## 2.6. Edény

Részminták vételéhez, 5 l térfogatú, szélesszájú.

- 2.7. Kanál vagy spatula  
A spatula lapát része széles legyen.
- 2.8. Mintatároló edény  
Lásd: I. Általános előírások, 3. pont.
3. Eljárás
- 3.1. Mintavétel cukrozatlan sűrített tejből.  
Legalább 200 g mintát kell venni.
- 3.1.1. Az edény tartalmát egy keverőrúd le-fel mozgatásával, keverővel való keveréssel, mechanikus mozgatással egyik edényből a másikba való áttöltéssel vagy tiszta sűrített levegővel (lásd: 2.2. pont) alaposan átkeverjük a kielégítően homogén állapot elérése céljából. A mintát közvetlenül a keverés után merítőkanállal vesszük ki.  
Ha a megfelelő homogén állapot nehezen érhető el, a mintát az edény különböző részeiből kell kivenni.  
Az összes mintamennyiség legalább 200 g legyen.  
Ha a minta részminták elege, azt a minta címkéjén, vagy a kísérő jegyzőkönyvben fel kell tüntetni.
- 3.1.2. Mintavétel fogyasztói csomagolásból  
Sértetlen, bontatlan csomagot kell mintaként kivenni.  
Lehetőleg azonos gyártásból származó vagy azonosan megjelölt csomagokat vegyünk ki. A minta összes mennyisége legalább 200 g legyen.
- 3.2. Mintavétel cukrozott sűrített tejből
- 3.2.1. Általános előírások  
Nagy tartályokban lévő cukrozott sűrített tejből a mintavétel nagy nehézséggel járhat, különösen akkor, ha a termék inhomogén és nagy viszkozitású. A mintavételnél gondot okozhatnak az egész termékben megjelenő vagy a falakon tapadó, csomósodást okozó szacharóz vagy laktóz kristályok, sókiválások. Ezek a körülmények felismerhetők, ha mintavevőt vezetünk be a tartályba, és azzal a tartály tartalmát megmozgatjuk. Ha a cukorkristályok mérete 6 mm-nél kisebb, a mintavétel nem okoz gondot. Ha a termék nem homogén, azt a mintán és a csatolt jegyzőkönyvben fel kell tüntetni.  
Mivel a cukrozott sűrített tejet gyakran a külső hőmérséklettel azonos hőmérsékleten tárolják, a reprezentatív minta kivételéhez tanácsos a termék hőmérsékletét legalább 20 °C-ra emelni.
- 3.2.2. Eljárás  
Legalább 200 g-os mintát kell venni.
- Nyitható tartályok.  
A tartály egyik fedőlapját kinyitás előtt kívülről alaposan megtisztítjuk és megszáritjuk annak elkerülésére, hogy a nyitás során idegen anyagok jussanak a tartályba. Tartalmát keverő (lásd: 3. ábra) segítségével jól átkeverjük. A keverő élével a fal belső oldalára és az aljára tapadó terméket lekaparjuk. A ferdén tartott keverő forgó és függőleges mozgatásával a tartályt jól átkeverjük, ügyelve arra, hogy levegőt ne juttassunk bele. A keverőt kivesszük, a rátapadt sűrített tejet spatulával vagy kanállal az 5 literes edénybe (2.6.) kaparjuk. A keverést és a keverő kiemelését addig ismételjük, míg 2-3 l össze nem gyűlik, majd ezt a mennyiséget homogénné kell keverni és ebből legalább 200 g mintát kivenni.
  - Zárt tartályok (dobok), peremes nyílással a fedőlapon vagy a paláston.  
A 3.2.1. pontban leírt okokból a mintavétel a peremes nyíláson keresztül csak akkor lehetséges, ha a sűrített tej könnyen folyó, s egyenletes állományú. A tartalmat úgy keverjük át, hogy egy mintavevő rudat a nyíláson át bevezetünk, s ameddig csak lehetséges, minden irányban mozgatjuk és forgatjuk. A rúd visszahúzása után a 3.2.1. pontban leírt módon mintát gyűjtünk.  
Lehetséges megoldás még az, ha a tartály tartalmát megfelelő edénybe átöntjük, ügyelve arra, hogy az eredeti térfogatból a lehető legtöbb jusson át. A 3.2.1. pontban leírt, keverővel történő átkeverés után kivesszük a mintát.
- 3.2.3. Mintavétel fogyasztói csomagolásból  
Sértetlen, bontatlan csomagot kell mintaként kivenni.  
Lehetőleg azonos gyártásból származó, vagy azonosan megjelölt csomagokat vegyünk ki.  
A minta összes mennyisége legalább 200 g legyen.
- 3.3. A minták megőrzése, tárolása, szállítása  
Lásd: I. Általános előírások: 5. és 6. pont.

## III. 2. MÓDSZER: mintavétel tejporból

## 1. Alkalmazási terület

Ez a módszer

- nagy zsírtartalmú tejpör
- zsíros (teljes) tejpör,
- félszíros tejpör,
- sovány tejpör,

kémiai vizsgálatához szükséges mintavételt írja le.

## 2. Eszközök

Lásd: I. Általános előírások, 2. pont.

2.1. A szűrő mintavevők legyenek elegendő hosszúak ahhoz, hogy a tartály aljára érjenek. Az engedélyezett szűrő mintavevők a IV. részben leírtaknak feleljenek meg.

## 2.2. Kanál vagy spatula

A spatula lapja széles legyen.

## 2.3. Mintatároló edény

Lásd: I. Általános előírások 3. pont

## 3. Eljárás

## 3.1. Általános megjegyzések

Ügyelni kell arra, hogy a tartályban lévő termék a mintavétel alatt vagy ezt megelőzően a lehető legkevesebb légnedvességet vegye fel. A tartályt a mintavétel után gondosan vissza kell zárni.

## 3.2. Mintavétel kémiai vizsgálat céljára

A minta mennyisége legalább 200 g legyen. A tiszta és száraz szűrő mintavevőt a terméken átfúrjuk, ehhez a tartályt megdöntjük, vagy oldalára fektetjük.

A szűrő mintavevő nyílását lefelé fordítjuk, hogy a behatolás egyenes legyen. Ha a szűrő mintavevő a tartály alját elérte, 180 fokkal megfordítjuk, kihúzzuk és tartalmát a mintatároló edénybe töltjük. A 200 g-hoz egy vagy több furat szükséges. Mihelyt a szükséges mintamennyiség összegyűlt, a mintatároló edényt le kell zárni.

## 3.2.1. Mintavétel fogyasztói csomagolásból

Sértetlen, bontatlan csomagot kell mintaként kivenni.

Lehetőleg azonos gyártásból származó, vagy azonosan megjelölt csomagokat vegyünk ki.

A minta összes mennyisége legalább 200 g legyen.

Megjegyzés: Amennyiben változó tulajdonságokat kell meghatározni, ezt a mintavételi eljárást kell alkalmazni.

## 3.3. A minta megőrzése, tárolása és szállítása

Lásd: I. Általános előírások, 5. és 6. pont.

## IV. Szűrő mintavevők csomagolatlan tejpör mintavételéhez

## 1. Fajták:

A típus: hosszú

B típus: rövid

(lásd: 5. ábra)

## 2. Anyagok

A lap és a támasz polírozott fémből, lehetőleg rozsdamentes acélból készüljön.

A hosszú szűrő mintavevő fogantyúja rozsdamentes acél legyen. A rövid szűrő mintavevőnek levehető, fából vagy műanyagból készült, bajonettzárral ráerősíthető nyele legyen.

## 3. Kivétel

3.1. A szűrő mintavevő alakja, anyaga és felülete tegye lehetővé könnyű tisztítását.

3.2. Az A típusú szűrő mintavevő éle elég éles legyen ahhoz, hogy kaparóként is szolgálhasson.

3.3. A szűrő mintavevő hegye legyen elég éles ahhoz, hogy a mintavételt megkönnyítse.

## 4. Főbb méretek

A szűrő mintavevők a következő táblázatban található méreteknek feleljenek meg, 10% megengedett eltéréssel:

	Méretek milliméterben	
	A típus hosszú	B típus rövid
A szűrő mintavevő hossza	800	400
A fémlemez vastagsága	1–2	1–2
A szűrő mintavevő belső átmérője a hegyénél	18	32
A szűrő mintavevő belső átmérője a nyél alatt	22	28
Nyílásszélesség a hegyénél	4	20
Nyílásszélesség a nyél alatt	14	14

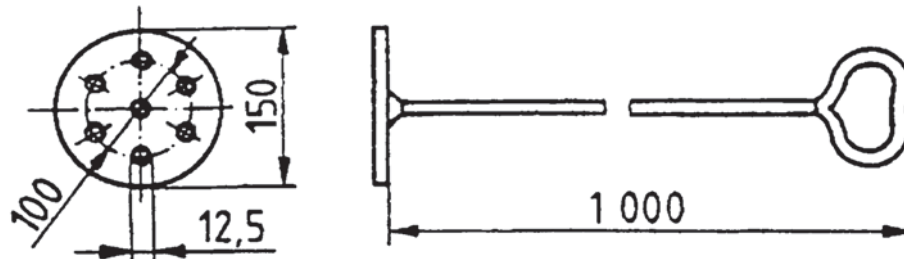
## 5. A szűrő mintavevők használata

- 5.1. A többé-kevésbé könnyen folyó porokba a szűrő mintavevőt függőlegesen vezetjük be. Az A típusú szűrő mintavevőt elforgatással megtöltjük és függőlegesen kihúzzuk.

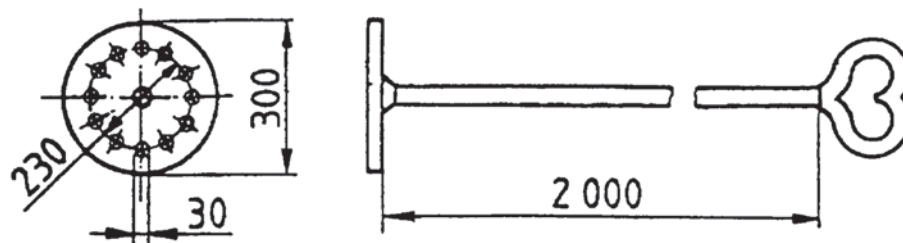
A B típusú szűrő mintavevőt a bevezetés során teljesen megtöltjük, és visszahúzásakor megfelelő állásban tartjuk, hogy az alsó részén az anyag kihullását elkerüljük.

- 5.2. A többé-kevésbé szabadon folyó porok tartályát megdöntjük, a szűrő mintavevőt csaknem vízszintesen, nyílásával lefelé bevezetjük és nyílásával felfelé húzzuk ki.

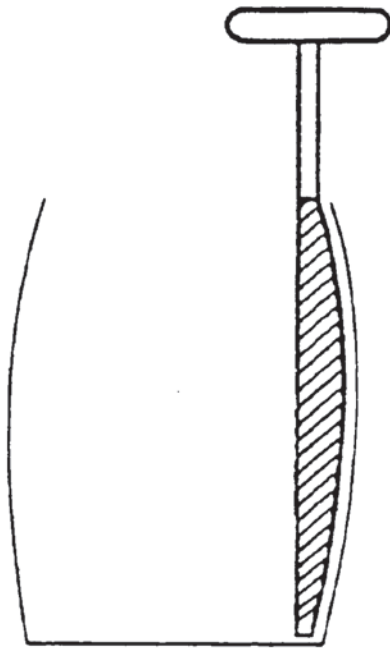
1. ábra: Keverő kannához és vödörhöz  
(méretek mm-ben)



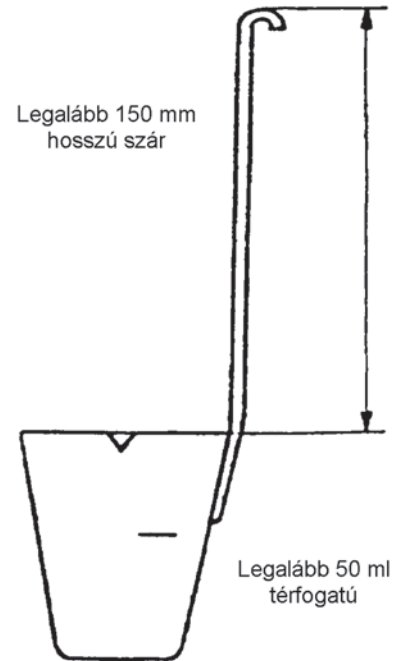
2. ábra: Kisméretű tartályhoz ajánlott keverő  
(méretek mm-ben)



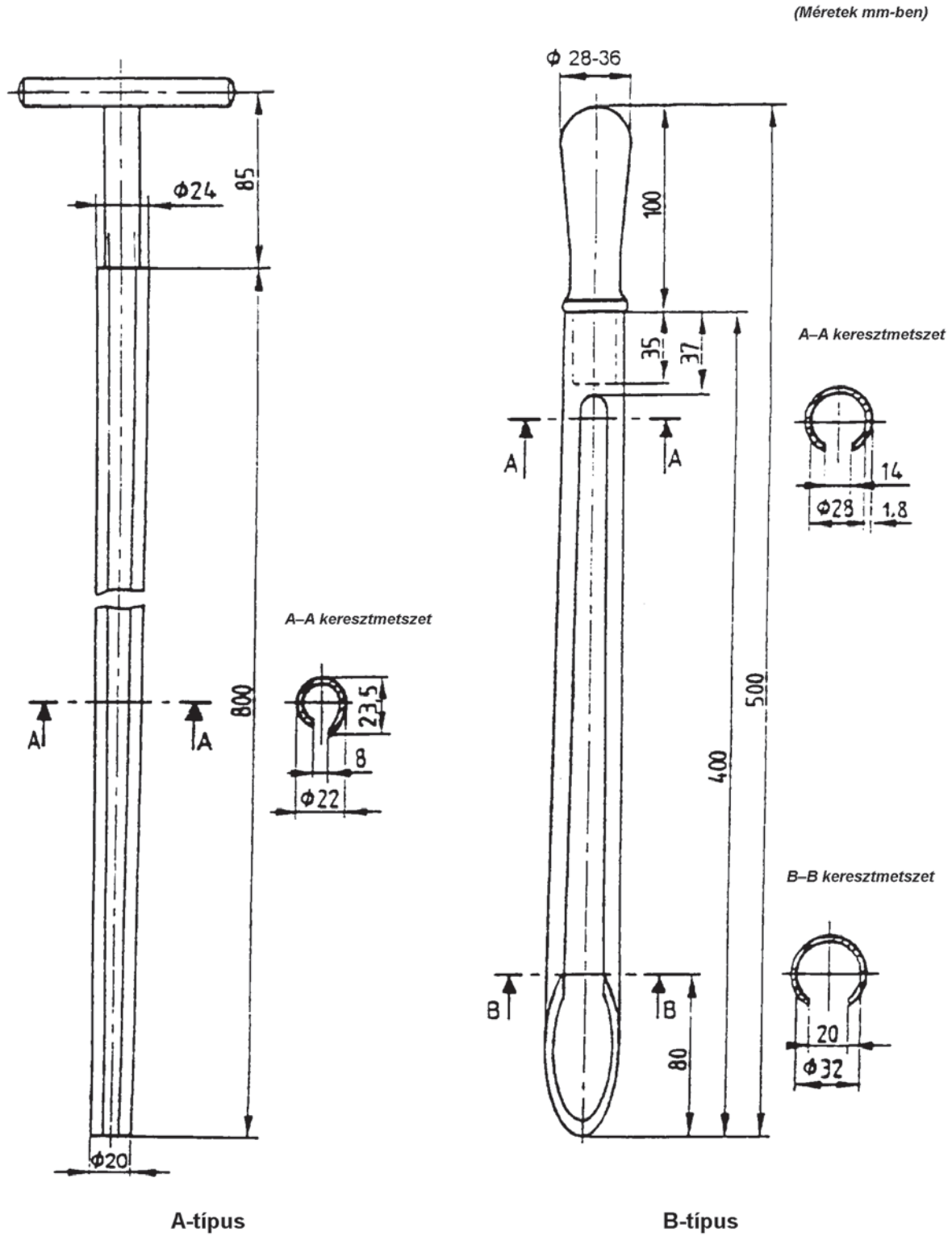
3. ábra: A cukrozott sűrített tejkeverésére alkalmas keverő



4. ábra: Mérőkanál folyadékokhoz



5. ábra: Szűrő mintavevő tejporhoz  
(méretek mm-ben)





8. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez  
„37. melléklet a 152/2009. (XI. 12.) FVM rendelethez

## A Magyar Élelmiszerkönyv 3-1-92/608 számú előírása a közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tej mintavételi és vizsgálati módszereiről

### A rész

1. A közvetlen emberi fogyasztásra szánt hőkezelt tejnek az alábbi jellemzőit vizsgálják referenciamódszerekkel:
  - szárazanyag-tartalom,
  - zsírtartalom,
  - zsírmentes szárazanyag-tartalom,
  - összes nitrogéntartalom,
  - fehérjetartalom,
  - sűrűség.
2. A referenciamódszereket és a mintavételt a B részben ismertetett általános szabályok betartásával kell alkalmazni, illetve elvégezni.
3. A referenciamódszerek részletes szabályait a C rész tartalmazza
4. A D rész alternatív eljárást határoz meg zsírtartalom vizsgálatához.

### B rész

#### I. ÁLTALÁNOS SZABÁLYOK

##### 1. Bevezetés

Ez a fejezet a reagensekre, az eszközökre, az eredmények megadására, a pontosságra és a vizsgálati jegyzőkönyvre vonatkozó azon általános előírásokat tartalmazza, amelyeket a tej mintavételét és vizsgálatát végző ellenőrző laboratóriumoknak be kell tartaniuk.

##### 2. Reagensek

###### 2.1. Víz

- 2.1.1. Ha nincs másképpen előírva, akkor az oldáshoz, a hígításhoz és a mosáshoz minden esetben desztillált vagy ioncserélt, vagy legalább azzal azonos tisztaságú sótalánított vizet kell használni.
- 2.1.2. Ha nincs másképpen előírva, akkor az „oldáson” és a „hígításon” vizes oldás, illetve vizes hígítás értendő.

###### 2.2. Vegyszerek

Ha nincs másképpen előírva, akkor valamennyi felhasznált vegyszer analitikai minőségű legyen.

##### 3. Eszközök

###### 3.1. Az eszközök jegyzéke

A különböző referenciamódszerek leírásában megadott eszközlista csak azokat tartalmazza, amelyek speciálisak, illetve különleges felhasználásúak.

###### 3.2. Analitikai mérleg

Az „analitikai mérleg” 0,1 mg mérésére alkalmas mérleget jelent.

##### 4. Az eredmények megadása

###### 4.1. Eredmények

Ha nincs másképpen előírva, akkor a jegyzőkönyvben megadott eredmény két olyan vizsgálati eredmény számtani átlaga, amelyek kielégítik a módszer ismételhetőségi (5.1.1.) követelményét.

Ha a vizsgálati eredmények az ismételhetőségi követelménynek nem felelnek meg, akkor, ha lehetséges, a vizsgálatot meg kell ismételni, vagy az eredmény érvénytelen.

###### 4.2. A százalékvérték számítása

Ha nincs másképpen előírva, akkor az eredményt tömegszázalékban kell megadni.

## 5. Pontossági ismérvek

- 5.1. A pontossági ismérvek az egyes módszerek esetében az ismételhetőség és az összehasonlíthatóság.
  - 5.1.1. Az ismételhetőség (r) akkor teljesül, ha ugyanazon eljárással, ugyanazon mintából, ugyanazon feltételek mellett (azonos vizsgáló személy, azonos eszközök, azonos laboratórium és rövid időintervallum) végzett, két egymást követő vizsgálat eredményének abszolút különbsége nem haladja meg az érvényes küszöbértéket.
  - 5.1.2. Az összehasonlíthatóság (R) akkor teljesül, ha ugyanazon eljárással, ugyanazon mintából, különböző feltételek között (különböző vizsgáló személyek, különböző eszközök, különböző laboratóriumok és/vagy különböző időpontok) végzett két vizsgálat eredményének abszolút különbsége nem haladja meg a mindenkor érvényes küszöbértéket.
  - 5.1.3. Ha nincs másképpen előírva, akkor az ismételhetőség és az összehasonlíthatóság küszöbértékére az ISO 5725:1986, 2. kiadása szerinti 95%-os valószínűségre vonatkozó követelmények a mérvadók.
  - 5.1.4. A szükséges körvizsgálatokat a vonatkozó nemzetközi irányelvek szerint kell tervezni és végrehajtani.

## 6. Vizsgálati jegyzőkönyv

A vizsgálati jegyzőkönyvben meg kell adni az alkalmazott eljárást, valamint a kapott eredményeket. Meg kell adni továbbá, az alkalmazott eljárás minden olyan részletét, amely nincsen rögzítve a vizsgálati módszer leírásában vagy választható, továbbá minden olyan körülményt, amely befolyásolhatta a kapott eredményeket. A jegyzőkönyvben meg kell adni a minta egyértelmű azonosításához szükséges valamennyi adatot.

## II. A HŐKEZELT TEJ MINTAVÉTELE

### 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírás megadja a hőkezelt tej mintavételének, szállításának és tárolásának referenciamódszerét.

### 2. Általános előírások

A hőkezelt tej mintavételét szakképzett személynek kell végeznie, aki előzőleg megfelelő oktatásban részesült.

A vizsgálólaboratórium feladata, hogy a megbízott mintavevő személyt megfelelő utasításokkal lássa el a mintavételi technikára vonatkozóan azért, hogy a minta reprezentatív és a tétellel megegyező legyen.

Ugyancsak a vizsgáló laboratóriumnak kell utasítással ellátni a megbízott mintavevő személyt a minta jelölésére vonatkozóan annak érdekében, hogy a minta egyértelműen azonosítható legyen.

### 3. Mintavevő eszközök

#### 3.1. Általános előírások

A mintavevő eszközök rozsdamentes acélból vagy más, megfelelő szilárdságú anyagból készüljenek és célszerűen kialakítottak legyenek. A nagy tartályokban lévő folyadékok keverésére szolgáló keverőt és keverőberendezést úgy kell méretezni, hogy az alkalmas legyen a folyadék megkeverésére anélkül, hogy a zsír avasodását okozná. A mintavevő nyele erős, megfelelő hosszú legyen, hogy a tartály bármely mélységéből mintát lehessen venni. A mintavevő edény térfogata legalább 50 ml legyen.

A mintavevő edények és a fedelük üvegből, megfelelő fémből vagy műanyagból készüljenek.

A mintavevő eszközök (beleértve az edényeket és a fedelet) anyagának nem szabad olyan változást előidéznie a mintában, amely befolyásolhatja a vizsgálati eredményeket. A mintavevő eszközök felülete tiszta, száraz, sima és karcmentes legyen, a sarkai pedig legyenek lekerekítve.

### 4. Mintavételi technika

#### 4.1. Általános előírások

Az elvégzendő vizsgálatoktól függetlenül a tejet a mintavétel előtt kézzel vagy géppel alaposan össze kell keverni.

A mintát közvetlenül a keverés után kell venni, amikor a tej még mozgásban van.

A minta mennyisége feleljen meg a vizsgálati igényeknek. A mintavevő edény térfogatát úgy kell megválasztani, hogy az edényt a minta csaknem teljesen kitöltse, azonban tartalmát a vizsgálat előtt megfelelően össze lehessen keverni, egyidejűleg kizárva a minta szállítás közbeni kiköppülődését.

#### 4.2. Mintavétel

##### 4.2.1. Arányos minta vétele

Ha a mintavételre kijelölt tej több edényben van, akkor minden edényből reprezentatív mennyiséget vegyünk ki, és jegyezzük fel az egyes minták által képviselt tejmennyiségeket.

Ha az egyes edényekből származó mintákat nem vizsgálják külön-külön, akkor ezeket a részmintákat az egyes tankok tejtérfogatának arányában kell összekeverni. Összekeverés után ebből vesszük ki az arányos mintát.

#### 4.2.2. Mintavétel nagy tartályokból, tárolótankokból, vasúti és közúti szállítótartályokból

##### 4.2.2.1. A mintavétel előtt megfelelő eljárással keverjük meg a tejet.

Nagy edények, tárolótankok, vasúti vagy közúti szállítótartályok tartalmának keverésére mechanikus keverés ajánlatos (4.2.2.2.).

A keverés időtartamát a tej állási időtartamától függően kell megválasztani. Az alkalmazott keverés hatásossága terjedjen ki minden körülményre és feleljen meg az elvégzendő vizsgálat céljának. A keverés hatásossága különösen lényeges feltétele a vizsgálati eredmények összehasonlíthatóságának, ha a minták különböző részszállítmányokból származnak, vagy ha azokat a tankok ürítése során a kifolyócsapon át meghatározott időközönként veszik. A tej keverése akkor megfelelő, ha két, azonos feltételek között vett minta zsírtartalmának különbsége legfeljebb 0,1%.

A fenékürítéses nagy tartályok esetében előfordulhat, hogy az ürítési ponton vett kis mennyiségű tejminta még keverés után sem reprezentálja a teljes mennyiséget. Ebben az esetben a mintát előnyös a búvónyíláson keresztül venni. Ha a mintát az ürítőnyíláson keresztül vesszük, akkor elegendő mennyiségű tejet kell kifolytatni annak érdekében, hogy a minta a teljes mennyiséget reprezentálja.

##### 4.2.2.2. Nagy tartályok, tárolótankok, vasúti vagy közúti szállítótartályok tartalmának keverését a következőképpen lehet végezni:

- beépített, villanymotor-hajtású mechanikus keverővel;
- villanymotor-hajtású propelleres vagy egyéb keverővel, amelyet a búvónyíláson keresztül lógatnak a tejbé;
- vasúti vagy közúti szállítótartályok esetén a tejnek az ürítőtömlőn keresztüli visszakeringtetésével úgy, hogy az ürítőszivattyúra erősített tömlőt bevezetjük a tartály búvónyílásán;
- tiszta, szűrt, sűrített levegővel. Ebben az esetben a lehető legkisebb levegőmennyiséget és levegőnyomást kell alkalmazni, hogy megakadályozzuk az avas íz kialakulását.

##### 4.3. A fogyasztói kiserelésű, közvetlen fogyasztásra szánt hőkezelt tej mintavétele

A fogyasztói kiserelésű, közvetlen fogyasztásra szánt hőkezelt tej esetében a zárt kiserelési egységet tekintjük a mintának. Ha lehetséges, akkor a mintákat a feldolgozó üzemben a gyártást követően közvetlenül a csomagológépről vagy a hűtőkamrából kell venni, pasztörözött tej esetén a feldolgozás napján.

Mindegyik típusú hőkezelt tejből (pasztörözött, UHT és steril) olyan számú mintát veszünk, hogy az megfeleljen az elvégzendő vizsgálatoknak, és kielégítse a vizsgálólaboratórium által előírtakat.

#### 5. A minták azonosítása

A mintát azonosító kóddal kell ellátni úgy, hogy az pontosan azonosítható legyen és feleljen meg a vizsgálólaboratórium vagy az illetékes hatóság előírásainak.

#### 6. A minták tartósítása, szállítása és tárolása

A tartósításra (vegyszer, hőmérséklet), a szállításra, a tárolásra vonatkozó előírásokat, továbbá a mintavétel és a vizsgálat közötti megengedhető időtartamot a vizsgálólaboratórium adja meg a tej típusától és a vizsgálati módszertől, illetve a vonatkozó hatósági előírásoktól függően.

Az előírás a következőre térjen ki:

- A szállítás és a tárolás során óvni kell a mintát az idegen szagoktól és a közvetlen napfénytől. Ha a mintatartó edény átlátszó, akkor a mintát sötét helyen kell tárolni.

### C rész

#### I. A SZÁRAZANYAG-TARTALOM MEGHATÁROZÁSA

##### 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a tej szárazanyag-tartalma meghatározásának referenciamódszere.

##### 2. Fogalom meghatározás

Szárazanyag-tartalom: a megadott szárítási eljárás elvégzése után visszamaradt anyag tömege, tömegszázalékban kifejezve.

##### 3. A módszer elve

A vizet elpárologtatják a tejből 102 ± 2 °C hőmérsékleten, szárítószekrényben.

#### 4. Eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök, valamint a következők:

- 4.1. Analitikai mérleg.
- 4.2. Exsikkátor, hatékony nedvszívó anyaggal (pl. frissen szárított szilikagél a nedvességtartalmat jelző indikátorral).
- 4.3. Szárítószekrény, jól szellőző,  $102 \pm 2$  °C hőmérsékletre szabályozható a szárítótér minden pontján.
- 4.4. Lapos fenekű edény, 20–25 mm magas, 50–75 mm átmérőjű, megfelelő anyagú, jól záró, könnyen eltávolítható fedővel.
- 4.5. Vízfürdő.
- 4.6. Homogenizátor.

#### 5. A vizsgálati minta előkészítése

A tejmintát  $20$ – $25$  °C hőmérsékletre melegítjük, alaposan összekeverjük a zsír egyenletes eloszlása céljából. Kerüljük az olyan erős keverést, amely a tej habosodását vagy kiköpülődését okozza. Ha a tejszínréteg nehezen oszlik szét, akkor a mintát melegítsük fel lassan  $25$  és  $40$  °C közé, és gondos keveréssel emulgáljuk bele az edényhez tapadó tejszínt. Gyorsan hűtsük le a mintát  $20$ – $25$  °C-ra.

Ha szükséges használhatunk homogenizátort is a zsír eloszlásához.

Nem várhatunk pontos eredményeket, ha a minta elkülönült, folyékony zsírt vagy az edény falához tapadó, szemmel látható, szabálytalan alakú, fehér részecskéket tartalmaz.

#### 6. Vizsgálati eljárás

##### 6.1. Az edény előkészítése

A fedelet az edény mellé helyezve, melegítsük az edényt (4.4.) szárítószekrényben (4.3.)  $102 \pm 2$  °C hőmérsékleten legalább 30 percig. Tegyük a fedőt az edényre és azonnal helyezzük exsikkátorba (4.2.), hagyjuk lehűlni szobahőmérsékletre (legalább 30 perc) és mérjük meg  $0,1$  mg pontossággal.

##### 6.2. Bemérés

Közvetlenül mérjük az edénybe  $0,1$  mg pontossággal  $3$ – $5$  g előkészített vizsgálati anyagot.

##### 6.3. Meghatározás

- 6.3.1. Az edény tartalmát vízfürdőn (4.5.) 30 percig előszárítjuk.
- 6.3.2. Melegítsük az edényt a mellé helyezett fedővel szárítószekrényben (4.3.)  $102 \pm 2$  °C hőmérsékleten két órán át. Tegyük a fedőt az edényre és vegyük ki a szárítószekrényből.
- 6.3.3. Hagyjuk lehűlni exsikkátorban (4.2.) (legalább 30 perc) szobahőmérsékletre, és mérjük meg  $0,1$  mg pontossággal.
- 6.3.4. Melegítsük ismét az edényt a mellé helyezett fedővel a szárítószekrényben egy órán keresztül. Tegyük rá a fedőt az edényre és vegyük ki a szárítószekrényből. Hagyjuk lehűlni kb. 30 percig exsikkátorban és mérjük meg  $0,1$  mg pontossággal.
- 6.3.5. Ismételjük a 6.3.4. pontban leírt műveletet addig, amíg a tömegkülönbség két egymást követő méréskor már nem haladja meg a  $0,5$  mg-ot. A legkisebb tömeget jegyezzük fel.

#### 7. Az eredmények megadása

##### 7.1. Számítás és képlet

Az összes szárazanyag-tartalmat, tömegszázalékban, a következő képlettel számítjuk ki:

$$w_r = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100$$

ahol

$W_r$  az összes szárazanyag-tartalom, g/100 g;

$m_0$  az edény és a fedő tömege, g;

$m_1$  az edény, a fedő és a vizsgálati anyag tömege, g;

$m_2$  az edény, a fedő és a vizsgálati anyag tömege, szárítás után, g.

Az eredményt  $0,01$  tömegszázalékra kerekítve kell megadni.

##### 7.2. Pontosság

- 7.2.1. Ismételtetőség (r):  $0,10$  g összes szárazanyag/100 g termék.
- 7.2.2. Összehasonlíthatóság (R):  $0,20$  g összes szárazanyag/100 g termék.

## II. A ZSÍRTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a nyers tej, a teljes tej, a zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölözött) tej zsírtartalma meghatározásának referenciamódszere.

## 2. Fogalommeghatározás

A tej zsírtartalma: minden olyan anyag, amelyet ezzel a módszerrel meghatározunk, tömegszázalékban kifejezve.

## 3. A módszer elve

A vizsgálati anyag ammóniás és etil-alkoholos oldatát dietil-éterrel és petroléterrel extraháljuk, az oldószer ledesztilláljuk vagy elpárologtatjuk és a petroléterben oldható extrahált anyag tömegét meghatározzuk. (Az eljárás Röse–Gottlieb-módszerként általánosan ismert.)

## 4. Vegyszerek

Az összes vegyszer analitikai minőségű legyen, és a vakpróbának ne legyen maradéka.

A vegyszerek minőségének ellenőrzéséhez a 6.3. pontban leírt meghatározást kell elvégezni. A beméréshez egy kitarázott üres lombikot, főzőpoharat vagy fémcészét (5.9.) használjunk, amelyet a 6.4. pontban leírtak szerint készítünk elő (hogy a környezeti feltételeknek a mérésre gyakorolt hatását korigáljuk). Ha a táratömeg látszólagos változásával korigált visszamaradó anyag tömege 2,5 mg-nál több, akkor külön-külön meg kell határozni 100 ml dietil-éter és 100 ml petroléter elpárologtatás utáni maradékát.

Bemérés előtt ez esetben is meg kell határozni a táratömeget. Ha a visszamaradó anyag 2,5 mg-nál több, akkor meg kell tisztítani az oldószer desztillációval, vagy másik oldószerrel kell használni.

4.1. Ammóniaoldat, kb. 25% (m/m) NH<sub>3</sub>-tartalommal.

Nagyobb koncentrációjú ammóniaoldat is használható (lásd. a 6.5.1. és az A. 1.5.1. pontot).

## 4.2. Etil-alkohol, legalább 94% (V/V)-os. Metil-alkohollal denaturált etil-alkohol is használható, ha bizonyítottan nem befolyásolja a meghatározás eredményeit.

## 4.3. Kongóvörös- vagy krezolvörösindikátor-oldat

Oldjunk fel 1 g kongóvörös- vagy krezolvörösindikátort, és hígítsuk fel 100 ml-re.

Megjegyzés:

Az oldat használata lehetővé teszi az oldószer és a vizes fázis határfelületének pontosabb megállapítását. Használata nem kötelező (6.5.2.).

Más vízdoldható színezékek is használhatók, feltéve, hogy nem befolyásolják a meghatározás eredményét.

## 4.4. Dietil-éter, peroxidmentes, legfeljebb 2 mg/kg antioxidáns-tartalommal, a tisztasági követelményeket kielégítő (6.3.).

## 4.5. Petroléter, forrási tartománya 30–60 °C.

## 4.6. Oldószerkeverék, amelyet közvetlenül a felhasználás előtt készítenek azonos mennyiségű dietil-éter (4.4.) és petroléter (4.5.) összekeverésével.

## 5. Eszközök

Figyelmeztetés: Mivel a meghatározáskor tűzveszélyes oldószereket használunk, ezért minden elektromos készüléknek meg kell felelnie a tűzveszélyes oldószerek használatára vonatkozó előírásoknak.

A szokásos laboratóriumi eszközök és a következők:

## 5.1. Analitikai mérleg.

## 5.2. Centrifuga az extrahálólombikokhoz vagy -csövekhez (5.6.), amely percenként 500–600 fordulatszám mellett 80–90 g gravitációs mezőt eredményez a lombikok, illetve a csövek külső végén.

Megjegyzés:

Használata nem kötelező (6.5.5.).

## 5.3. Desztilláló- vagy lepárlókészülék, amely lehetővé teszi az oldószerek, illetve az etil-alkohol ledesztillálását a lombikból vagy elpárologtatását a főzőpoharakból és a csészékből (6.5.12. és 6.5.15.) legfeljebb 100 °C hőmérsékleten.

## 5.4. Szárítószekrény, elektromos fűtéssel, teljesen nyitott szellőzőnyílásokkal, amely alkalmas a munkatér minden pontján 102 ± 2 °C hőmérséklet tartására.

## 5.5. Vízfürdő, hőmérséklete 35–40 °C-ra szabályozható.

## 5.6. Mojonier-féle extrahálólombik.

**Megjegyzés:**

Használhatunk szifonnal vagy mosópalack-feltéttel ellátott extrahálócsöveket is, de ebben az esetben más, a függelékben leírt vizsgálati eljárást kell alkalmazni.

Az extrahálólombikokat (vagy -csöveket) becsiszolt üveg dugóval vagy jó minőségű parafa dugóval vagy más, a használt vegyszereknek ellenálló dugóval kell felszerelni. A parafa dugókat dietil-éterrel kell extrahálni (4.4.), majd legalább 60 °C-os vízben kell tartani legalább 15 percig és vízben kell lehűlni hagyni, hogy használatkor vízzel telítettek legyenek.

- 5.7. Állvány az extrahálólombikokhoz (vagy -csövekhez) (5.6.).
- 5.8. Mosópalack, az oldószerkeverékhez (4.6.). Műanyag palackot nem szabad használni!
- 5.9. Zsírgyűjtő edény, pl. forralólombik (lapos fenekű) vagy Erlenmeyer-lombik 125–250 ml űrtartalommal vagy fémedények. Ha fémedényt használunk, akkor az lehetőleg rozsdamentes acélból készüljön, magassága kb. 50 mm, átmérője 80–100 mm legyen, továbbá lapos fenekű és lehetőleg kiöntőcsőrel ellátott legyen.
- 5.10. Forrást elősegítők, zsírmentes, nem porózus, porcelán, szilikonkarbid vagy üveggyöngy (használatuk fémedények esetén nem kötelező).
- 5.11. Mérőhenger, 5 és 25 ml űrtartalommal.
- 5.12. Pipetta, osztott, 10 ml űrtartalommal.
- 5.13. Fogó, fémből, amely alkalmas a lombikok, a főzőpoharak vagy a csészék megfogására.

**6. Vizsgálati eljárás****Megjegyzés:**

A szifonnal ellátott extrahálócsöves alternatív eljárást (lásd az 5.6. pont megjegyzését) a függelék tartalmazza.

- 6.1. A vizsgálati minta előkészítése  
Állítsuk be a laboratóriumi minta hőmérsékletét 15 perc alatt 35–40 °C-ra (szükség esetén vízfürdőn). A mintatartó edény ismételt átfogatásával keverjük meg alaposan, de óvatosan a mintát úgy, hogy a habképződést vagy a kiköpülődést elkerüljük, majd gyorsan hűtsük le 20 °C-ra.
- 6.2. Bemérés  
Keverjük meg a vizsgálati anyagot (6.1.) átfogatva az edényt háromszor vagy négyszer, és azonnal mérjük be 10–11 g-ot 1 mg pontossággal, közvetlenül vagy visszaméréssel az egyik extrahálólombikba (5.6.).  
A vizsgálati anyagot a lehető legkisebb veszteséggel juttassuk az extrahálólombik alsó (kis) gömbrészébe.
- 6.3. Vakpróba  
Végezzünk vakpróbát a meghatározással egyidejűleg, ugyanazokat a vegyszereket használva, de a vizsgálati anyag helyett 10–11 ml vizet mérjük be.  
A zsírgyűjtő edény látszólagos tömegvesztése, korrigálva a kontroll edény látszólagos tömegvesztésével, legfeljebb 2,5 mg.
- 6.4. A zsírgyűjtő edény előkészítése  
Szárítószekrényben (5.4.) szárítsunk 1 órán át egy edényt (5.9.) forrást elősegítővel (5.10.) együtt, amelyet az egyenletes enyhe forrás fenntartására alkalmazunk. Hagyjuk lehűlni az edényt (nem exsikkátorban, de portól védett helyen) a mérlegszoba hőmérsékletére (üvegedények esetében legalább 1 óra, fémedények esetében legalább 30 perc). Ügyelve a hőmérséklet-változások elkerülésére, helyezzük fogóval az edényt a mérlegre és mérjük meg 0,1 mg pontossággal.
- 6.5. Meghatározás
  - 6.5.1. 2 ml ammóniaoldattal (4.1.) vagy töményebb ammóniaoldat egyenértékű mennyiségével alaposan keverjük össze a vizsgálati anyagot az extrahálólombik kis gömbrészében. Az ammónia hozzáadása után azonnal végezzük el a meghatározást.
  - 6.5.2. Adjunk hozzá 10 ml etil-alkoholt (4.2.) és óvatosan, de alaposan keverjük össze úgy, hogy a lombik tartalma előre-hátra folyhasson a két gömb között; vigyázzunk, hogy a folyadék ne kerüljön túl közel a palack nyakához. Ha szükséges, adjunk hozzá két csepp kongóvörös- vagy krezolvörösindikátor-oldatot (4.3.).
  - 6.5.3. Adjunk hozzá 25 ml dietil-étert (4.4.), zárjuk le a lombikot vízzel telített parafa dugóval vagy vízzel megnedvesített dugóval (5.6.) és óvatosan rázzuk a lombik tartalmát egy percig (elkerülve a tartós emulzió kialakulását) vízszintesen tartva az edényt úgy, hogy a kis gömbrész felfelé mutasson. A folyadéknak ismételten át kell folynia a nagy gömbből a kis gömbbe. Ha szükséges hűtsük le a lombikot folyó vízzel, azután óvatosan távolítsuk el a dugót és azt, valamint a lombik nyakát öblítsük le kevés oldószerkeverékkel (4.6.), használva a mosópalackot (5.8.) úgy, hogy az oldószerkeverék a lombikba jusson.

- 6.5.4. Adjunk hozzá 25 ml petrolétert (4.5.), zárjuk le a lombikot újranedvesített dugóval (vízbe mártva), és rázzuk óvatosan 30 másodpercig a 6.5.3. pontban leírtak szerint.
- 6.5.5. Centrifugáljuk a lezárt edényt 1–5 percig 500–600 percenkénti fordulattal (5.2.). Centrifuga hiányában (lásd az 5.2. pont megjegyzését), a lezárt lombikot hagyjuk állni az állványon (5.7.) legalább 30 percig, amíg a felszínén úszó réteg tiszta nem lesz, és tökéletesen el nem különül a vizes rétegtől. Ha szükséges, hűtsük le a lombikot folyó vízzel.
- 6.5.6. Óvatosan távolítsuk el a dugót és azt, valamint a lombik nyakának belső felületét öblítsük le kevés oldószerkeverékkel (4.6.) úgy, hogy az bejusson az edénybe.  
Ha a két réteg határfelülete túlságosan alul van, úgy a lombik falán öntsünk óvatosan vizet az elegyhez, a réteghatár megemelésére annak érdekében, hogy az oldószer leönthető (dekantálható) legyen.
- 6.5.7. Az extrahálólombikot a kiscső részénél fogva, a felső fázist a lehető legnagyobb mértékben dekantáljuk a forrást elősegítő (5.10.) tartalmazó zsírgyűjtő edénybe (6.4.). Ügyelni kell arra, hogy a vizes fázisból ne kerüljön anyag a zsírgyűjtő edénybe.
- 6.5.8. Öblítsük le az extrahálólombik nyakának külső végét kevés oldószerkeverékkel (4.6.) a zsírgyűjtő edénybe, ügyelve arra, hogy oldószerkeverék ne jusson a lombik külső falára.  
Ha szükséges az oldószert vagy annak egy részét eltávolíthatjuk a lombikból desztillációval vagy elpárologtatással a 6.5.12. pontban leírtak szerint.
- 6.5.9. Adjunk 5 ml etil-alkoholt (4.2.) az extrahálólombik tartalmához, amellyel egyúttal a lombik nyakának belső falát leöblítjük, és keverjük össze a lombik tartalmát a 6.5.2. pontban leírtak szerint.
- 6.5.10. Végezzünk második extrakciót csak 15 ml dietil-éterrel (4.4.) és 15 ml petroléterrel (4.5.) a 6.5.3–6.5.8. pontokban leírtak szerint úgy, hogy a lombik nyakának belső falát is leöblítjük. Ha szükséges, emeljük a két réteg határfelületét a lombik nyakának a feléig, hogy az oldószeres fázis dekantálása minél tökéletesebb legyen.
- 6.5.11. Végezzünk harmadik extrakciót csak 15 ml dietil-éterrel (4.4.) és 15 ml petroléterrel (4.5.) a 6.5.3–6.5.8. pontokban leírtak szerint leöblítve azzal az extrahálólombik nyakának belső falát. Ha szükséges, emeljük a két réteg határfelületét a lombik nyakának a feléig a tökéletes dekantálhatóság érdekében.
- 6.5.12. Távolítsuk el az oldószerkeveréket (beleértve az etil-alkoholt is) a lombikból desztillációval, főzőpohár vagy csésze használata esetén elpárologtatással (5.3.), leöblítve a lombik nyakának belső felületét kevés oldószerkeverékkel (4.6.) a desztilláció előtt.
- 6.5.13. Helyezzük a zsírgyűjtő edényt (a lombikot oldalára fektetve az oldószermaradék könnyebb eltávolítása végett) 1 órára szárítószekrénybe (5.4.). Vegyük ki a zsírgyűjtő edényt a szárítószekrényből, hagyjuk lehűlni abban a helyiségben, ahol mérni fogjuk (nem exsikkátorban, de portól védett helyen) a mérlegszoba hőmérsékletére (üvegedények esetében legalább 1 óra, fémedények esetében legalább 30 perc szükséges), és mérjük le a tömegét 0,1 mg pontossággal.  
Ne töröljük meg az edényt közvetlenül a mérés előtt. Az edényt a mérlegre fogóval helyezzük, és kerüljük a hőmérséklet-különbségeket.
- 6.5.14. Ismételjük meg a 6.5.13. pontban leírt műveleteket mindaddig, amíg a zsírgyűjtő edény egymásután mért, két tömege között az eltérés legfeljebb 0,5 mg. A zsírgyűjtő edény és az extraktum együttes tömegének a legkisebb mért értéket tekintjük.
- 6.5.15. Mérjük 25 ml petrolétert a zsírgyűjtő edénybe annak megállapítására, hogy a kivont anyag teljesen oldható vagy sem. Óvatosan melegítsük mozgatás közben az edényt, amíg az összes zsír fel nem oldódik.  
Ha a kivont anyag teljesen feloldódik a petroléterben, akkor a zsír tömege a kivont anyagot tartalmazó edény legkisebb mért tömege (6.5.14.) és az üres edény tömege közötti (6.4.) különbség.
- 6.5.16. Ha a kivont anyag nem oldódik fel teljesen a petroléterben, vagy kétségünk van felőle, akkor távolítsuk el a zsírt az edényből ismételt meleg petroléteres mosással.  
Hagyjuk az oldhatatlan anyagot leülepedni, és óvatosan dekantáljuk a petrolétert az oldhatatlan anyag felkavarása nélkül. Petrolétert használva ismételjük meg ezt a műveletet háromszor úgy, hogy az edény nyakának belső falát leöblítjük.  
Végül öblítsük le az edény felső, külső részét az oldószerkeverékkel úgy, hogy az oldószer ne terjedjen szét az edény külső falán. Szárítószekrényben 1 órán át melegítve az edényt távolítsuk el a petrolétergőzöket, hagyjuk lehűlni és mérjük meg a tömegét a 6.5.13. és 6.5.14. pontokban leírtak szerint.  
A zsír tömegének a 6.5.14. pontban meghatározott tömeg és e végső tömeg különbségét tekintjük.



## 7. Az eredmények megadása

## 7.1. Számítás és képlet

A zsírtartalmat, tömegszázalékban, a következő képlettel számítjuk ki:

$$F = \frac{(m_1 - m_2) - (m_3 - m_4)}{m_0} \times 100$$

ahol

F zsírtartalom, g/100 g;

$m_0$  a vizsgálati anyag (6.2.) tömege, g;

$m_1$  a zsírgyűjtő edény és a 6.5.14. pontban leírtak szerint meghatározott kivont anyag tömege, g;

$m_2$  az előkészített zsírgyűjtő edény tömege, vagy nem oldódó anyag esetén a zsírgyűjtő edény és a 6.5.16. pontban leírtak szerint meghatározott oldhatatlan anyag együttes tömege, g;

$m_3$  a vakpróbához (6.3.) használt zsírgyűjtő edénynek a 6.5.14 pontban leírtak szerint meghatározott tömege, g;

$m_4$  a vakpróbához (6.3.) használt zsírgyűjtő edénynek vagy oldhatatlan anyag esetén a 6.5.16. pontban leírtak szerint meghatározott, oldhatatlan maradékot is tartalmazó zsírgyűjtő edénynek a tömege, g.

Az eredményt 0,01% pontossággal kell megadni.

## 7.2. Pontosság

## 7.2.1. Ismételhetőség (r):

- teljes tejsre és zsírszegény (részben fölözött) tejsre: 0,02 g zsír/100 g termék;
- sovány (fölözött) tejsre: 0.01 g zsír/100 g termék.

## 7.2.2. Összehasonlíthatóság (R):

- teljes tejsre: 0,04 g zsír/100 g termék;
- zsírszegény (részben fölözött) tejsre: 0.03 g zsír/100 g termék;
- sovány (fölözött) tejsre: 0.025 g zsír/100 g termék.

## III. A ZSÍRMENTES SZÁRAZANYAG-TARTALOM MEGHATÁROZÁSA

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a hőkezelt tej összes zsírmentes szárazanyag-tartalma meghatározásának referenciamódszere.

## 2. Fogalommeghatározás

Zsírmentes szárazanyag-tartalom: a szárazanyag-tartalom (I. fejezet) és a zsírtartalom (II. fejezet) különbsége. A zsírmentes szárazanyag-tartalmat tömegszázalékban kell kifejezni.

## IV. AZ ÖSSZES NITROGÉNTARTALOM MEGHATÁROZÁSA

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

Ez a leírás a nyers tej, a hőkezelt teljes tej, a zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölözött) tej összes nitrogéntartalma meghatározásának referenciamódszere.

## 2. Fogalommeghatározás

A tej összes nitrogéntartalma: a leírt Kjeldahl-módszerrel meghatározott nitrogéntartalom, tömegszázalékban kifejezve.

## 3. A módszer elve

A bemért tejsmintát kálium-szulfát és réz(II)-szulfát katalizátor jelenlétében tömény kénsavval roncsoljuk abból a célból, hogy a szerves vegyületek nitrogéntartalma ammónium-szulfáttá alakuljon át. Nátrium-hidroxid-oldat hozzáadásával az ammóniát felszabadítjuk majd bórsavoldatba desztilláljuk át és elnyeletjük. Ezt az oldatot azután savmérőoldattal titráljuk.

## 4. Vegyszerek

4.1. Kálium-szulfát ( $K_2SO_4$ ).4.2. Réz-szulfát-oldat. Oldjunk fel 5,0 g kristályos réz(II)-szulfátot ( $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ) vízben és higítsuk 100 ml-re (20 °C-on) mérőlombikban.



- 4.3. Kénsav, legalább 98,0% (m/m)  $H_2SO_4$ -tartalmú.
- 4.4. Nátrium-hidroxid-oldat. 47% (m/m) -os (704 g NaOH/l 20 °C-on).  
Megjegyzés:  
Kisebb töménységű nátrium-hidroxid-oldatot is szabad használni, pl. 40% (m/m)-ost (572 g/l 20 °C-on) vagy 30% (m/m) -ost (399 g/l 20 °C-on).
- 4.5. Bórsavoldat. Oldjunk fel 40 g bórsavat ( $H_3BO_3$ ) egy liter forró vízben, hagyjuk lehűlni és tároljuk boroszilikátüvegben.
- 4.6. Indikátoroldat. Oldjunk fel 0,01 g metilvöröset, 0,02 g brómtimolkéket és 0,06 g brómkrezolöldet 100 ml etil-alkoholban. Az oldatot zárt barna üvegben, sötét, hűvös helyen kell tárolni.
- 4.7. Mérőoldat.  
0,1 mol/l HCl vagy 0,05 mol/l  $H_2SO_4$ , 0,0001 mol/l pontossággal beállított.
- 4.8. Nitrogénmentes répacukor.
- 4.9. Ammóniumsó, tiszta ammónium-oxalát  $/(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O/$  vagy ammónium-szulfát  $/(NH_4)_2SO_4/$ .
- 4.10. Triptofán ( $C_{11}H_{12}N_2O_2$ ), fenacetin ( $C_{10}H_7CH_2CONH_2$ ) vagy lizin-mono- vagy di(hidrogén-klorid) ( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot HCl$ ), illetve ( $C_6H_{14}N_2O_2 \cdot 2 HCl$ ).  
Megjegyzés:  
A 4.9. és a 4.10. pont szerinti reagenseknek analitikailag legtisztább minőségűnek kell lenniük. Lehetőség szerint bizonylatolt ammóniumsó-oldatot kell használni (4.9.).
5. Eszközök  
A szokásos laboratóriumi eszközök és a következők:
- 5.1. Kjeldahl-lombikok, 500 ml űrtartalommal.
- 5.2. Megfelelő, forrást elősegítő anyag, pl. üvegyöngy kb. 5 mm átmérőjű, pl. Hengar-granulátum, habkő.
- 5.3. Büretta vagy automata pipetta, 1,0 ml beméréséhez.
- 5.4. Osztott mérőhengerek üvegből, 50, 100 és 250 ml űrtartalommal.
- 5.5. Roncsolókészülék, amely a roncsolólombikot ferde helyzetben (kb. 45 fokos szögben) tartja, olyan elektromos vagy gáz-fűtőberendezéssel, amellyel elkerülhető, hogy a roncsolólombik folyadékszint feletti része melegítődjön, valamint elszívóberendezés.
- 5.6. Desztillálókészülék boroszilikátüvegből, amelyhez Kjeldahl-lombik szerelhető. Ez megfelelő desztillálófeltétből, hozzákapcsolódó egyenes, belső csöves, hatékony hűtőből és alsó részén egyenes kifolyócsőből áll. A csatlakozótömlőknek, dugóknak megfelelően kell tömíteniük, ezért előnyös, ha neopréngumiból készülnek.
- 5.7. Pipetta vagy automata pipetta 0,10 ml kiméréséhez.
- 5.8. Erlenmeyer-lombik, 500 ml űrtartalommal, 200 ml-nél jelöléssel.
- 5.9. Büretta, 50 ml űrtartalommal, 0,1 ml-es osztással, legfeljebb  $\pm 0,05$  ml hibával.
- 5.10. Nagyítólencse, a büretta (5.9.) leolvasásához.
- 5.11. pH-mérő.
- 5.12. Automata büretta.
6. Vizsgálati eljárás
- 6.1. Tegyük a Kjeldahl-lombikba (5.1.) forrást elősegítő anyagot (5.2.) (pl. három üvegyöngyöt), 15 g kálium-szulfátot (4.1.), 1,0 ml réz-szulfát-oldatot (4.2.), kb. 5 g tejmintát (0,001 g pontossággal lemérve) és 25 ml kénsavat (4.3.) rétegezzük rá. A lombik nyakára tapadt réz-szulfátot, kálium-szulfátot vagy tejmintát a savval öblítsük a lombikba. Ezután óvatosan keverjük össze a lombik tartalmát.  
Megjegyzés:  
Mivel a szerves vegyületek a forralás során kénsavat fogyasztanak, 5,0% (m/m)-nál nagyobb zsírtartalmú tejminta esetén 25 ml helyett 30 ml kénsavat (4.3.) használjunk a roncsoláshoz.  
Ugyanígy kell eljárni a vakpróbával is.
- 6.2. Melegítsük a roncsolókészülékre (5.5.) helyezett Kjeldahl-lombikot eleinte egészen óvatosan úgy, hogy a fekete hab teljes egészében a gömbrészben maradjon. Amikor a kezdeti habzás megszűnik és sűrű fehér gőz jelenik meg, kezdjük erősebben forralni az elegyet (a savgőz kondenzálódik a lombik nyakának felénél) addig, amíg eltűnnek a fekete részecskék, a lombik tartalma kitisztul és halvány kékessárga színűvé nem válik. Ezután kíméletesen forraljuk még legalább 1,5 órán keresztül. Az alábbi feltételeknek fenn kell állniuk:

- a) a lombik tartalmának a kitisztulásáig eltelt időtartama legfeljebb 1 óra;  
a teljes roncsolási időtartam legfeljebb 2,5 óra. Ha egy óránál több időre van szükség a kitisztuláshoz, akkor a teljes roncsolási időtartamot ennek megfelelően meg kell növelni.
- b) A hozzáadott kálium-szulfát segíti a roncsolást, mivel növeli az elegy forráspontját. Ha a roncsolás után visszamaradó kénsav mennyisége kevesebb, mint kb. 15 ml, akkor esetleg nitrogénvesztéssel kell számolni helyi túlhevülés miatt. Ha a hevítést gázégővel végezzük, akkor a lombikot olyan kör alakú nyílással rendelkező, hőszigetelt anyagból készült lemezen hevítsük, amelynek akkora az átmérője, hogy az égő lángja a lombiknak csak a folyadékfelszín alatti részét érje (5.5.).
- c) Ha elszenesedett részek kerülnek a lombik nyakára és ezek nem jutnak vissza az erőteljes hevítés kezdetén a lecsapódó savgőzökkel a lombikba, amit a lombik mozgatásával lehet segíteni, akkor hagyjuk lassan lehűlni a lombikot és kevés vízzel gondosan öblítsük bele. Ezután folytassuk az előzőek szerint a roncsolást.
- 6.3. Amikor a Kjeldahl-lombik lehűlt, adjunk hozzá 300 ml vizet (lásd a megjegyzést) úgy, hogy a nyakára tapadt anyagot gondosan a lombikba mossuk, és alaposan keverjük meg a tartalmát, hogy a kivált kristályok feloldódjanak. Adjunk hozzá forrást elősegítő anyagot (5.2.) az egyenletes forrás biztosítására. Ezután mérjük a lombikba 70 ml nátrium-hidroxid-oldatot (4.4.) (lásd a megjegyzést) óvatosan alárétegezve az oldatot a megdöntött lombik nyakán, hogy a nátrium-hidroxid-oldat alsó réteget képezzen. A nyak felső részét ne érje nátrium-hidroxid-oldat.
- Megjegyzés:  
Fontos, hogy a víz és a nátrium-hidroxid-oldat együttes mennyisége 370 ml legyen azért, hogy kb. 150 ml desztillátumot összegyűjtessünk a késleltetett forrás (löködések) jelentkezése előtt (6.4.).  
Ha hígabb nátrium-hidroxid-oldatból nagyobb mennyiséget mérünk a lombikba, akkor a hozzáadott vízmennyiséget arányosan csökkenteni kell.  
Pl. ha 85 ml 40%-os vagy 125 ml 30%-os nátrium-hidroxid-oldatot mérünk be, a hozzáadott víz mennyisége 285 ml, illetve 245 ml legyen.
- 6.4. A Kjeldahl-lombikot azonnal kapcsoljuk a desztillálókészülékhez (5.6.). Biztosítani kell, hogy a hűtő kivezető csöve a szedőedényben (5.8.) lévő 50 ml bórsavoldat (4.5.) és 0,20 ml (5–6 csepp) indikátoroldat (4.6.) elegyébe merüljön. Keverjük össze alaposan a Kjeldahl-lombik tartalmát, és forraljuk óvatosan, hogy a túlzott habzást elkerüljük. Amikor 100–125 ml desztillátum összegyűlt, süllyesszük le a szedőedényt annyira, hogy a hűtő kivezető csövének vége kb. 40 mm-re legyen a 200 ml jelzés felett. Folytassuk a desztillációt a késleltetett forrás (löködések) jelentkezéséig; ekkor azonnal kapcsoljuk ki a fűtést. Szereljük le a Kjeldahl-lombikot és a hűtő kivezető csövét kevés vízzel öblítsük a szedőedénybe. Az alábbi követelményeknek kell teljesülniük:
- a) A desztillációt úgy kell végezni, hogy a késleltetett forrás (löködések) jelentkezéséig összegyűjtött desztillátum mennyisége kb. 150 ml, a szedőedényben lévő folyadék térfogata pedig kb. 200 ml legyen.
- b) A hűtést úgy kell szabályozni, hogy a desztilláció során a desztillátum hőmérséklete ne haladja meg a 25 °C-ot.
- 6.5. Titráljuk a desztillátumot a mérőoldattal (4.7.) pH-mérő készüléket használva  $4,6 \pm 0,1$  pH-értékig, tetszés szerint automata bürettát alkalmazva. Indikátor hozzáadásával ellenőrizhetjük a titrálás pontos végpontját. Nagyító (5.10.) használatával kiküszöbölve a parallaxishibát, olvassuk le a fogyást 0,01 ml pontossággal.  
A titrálást végezhetjük csak indikátor jelenlétében. A végponthoz tartozó szín megegyezik 150 ml vízből, 50 ml bórsavoldatból és 0,20 ml indikátoroldatból Erlenmeyer-lombikban (5.8.) frissen készített elegy színével.
- 6.6. Végezzünk vakpróbát a 6.1–6.5. pontok szerint, 5 ml desztillált vizet és kb. 0,1 g répacukrot (4.8.) bemérve a tejminta helyett.  
Megjegyzés:  
A vakpróba desztillátumának titrálásakor csak igen kis mennyiségű mérőoldat (4.7.) fogyása kívánatos.
- 6.7. Az eljárás pontosságát a 6.1–6.5. pontokban leírt két visszanyerési vizsgálattal kell ellenőrizni.
- 6.7.1. Annak ellenőrzésére, hogy a desztilláció folyamán nem lép-e fel nitrogénvesztés, helyi túlhevülés vagy a csatlakozások szivárgása miatt, mérjük be 0,15 g ammónium-oxalátot (4.9.) vagy -szulfátot 0,001 g pontossággal, adjunk hozzá 0,1 g répacukrot (4.8.) és végezzük el a vizsgálatot.  
A nitrogén visszanyerési százaléka 99,0 és 100,0% között legyen.  
A kisebb vagy a nagyobb értékek módszerbeli hibára és/vagy a mérőoldat (4.7.) nem megfelelő koncentrációjára utalnak.
- 6.7.2. A roncsolási folyamatot úgy ellenőrizzük, hogy 0,20 g tiszta triptofánt, 0,35 g fenacetint vagy 0,20 g lizin-hidrogén-kloridot (4.10.) mérünk be annak megállapítására, hogy a nitrogén teljes mennyisége szabaddá vált-e. Mindegyiket 0,001 g pontossággal kell bemérni.  
A nitrogént legalább 98–99%-ban kell visszanyerni.

## 7. Munkavédelmi előírások

A tömény kénsavval és a nátrium-hidroxiddal való munkavégzéskor, valamint a Kjeldahl-lombikkal végzett munka során mindig viseljünk laboratóriumi köpenyt, biztonsági szemüveget és saválló kesztyűt.

Desztillálás közben soha ne hagyjuk a Kjeldahl-lombikot felügyelet nélkül. Ha a lombik tartalma túl intenzíven forr, akkor veszély miatt azonnal állítsuk le a desztillálást. Ha a gáz vagy az áram több, mint két vagy három percre kimarad, engedjük le a desztillátumot gyűjtő edényt úgy, hogy a hűtő kivezető csöve ne érjen a folyadékba.

## 8. Az eredmények megadása

### 8.1. Számítás és képlet

Számítsuk ki a nitrogéntartalmat ( $W_N$ ), g nitrogén/100 g termék egységben, a következő képlettel:

$$W_N = \frac{1,40(V - V_0) \cdot c}{m}$$

ahol

$W_N$  nitrogéntartalom, g/100 g;

$V$  a meghatározáshoz fogyott savmérőoldat térfogata, ml;

$V_0$  a vakpróbára fogyott savmérőoldat térfogata, ml;

$c$  a savmérőoldat koncentrációja, mol/liter;

$m$  a bemért vizsgálati minta tömege, g.

Az eredményt 0,001 g/100 g-ra kerekítve kell megadni.

### 8.2. Pontosság

8.2.1. Ismételhetség ( $r$ ): 0,007 g/100 g.

8.2.2. Összehasonlíthatóság ( $R$ ): 0,015 g/100 g.

## 9. Módosított eljárások

9.1. Blokk-roncsolókészüléket és megfelelő henger alakú roncsolóedényt használhatunk az 5.5. és 5.1. pontokban leírt roncsolókészülék és Kjeldahl-lombik helyett. Ebben az esetben a potenciális hibaforrásokat minden egyes ponton egyedileg kell megvizsgálni (6.7.).

9.2. A közvetlen melegítés helyett alkalmazhatunk vízgőz-desztillációt. Ha a vízgőz-desztilláló készülék nem teszi lehetővé desztillált víz használatát, akkor gondoskodjunk arról, hogy a használt víz ne tartalmazzon illó savas vagy lúgos alkotórészt.

9.3. 5 g-os bemérés (6.1.) helyett alkalmazhatunk 1 g-os mintabemérést (félmikro Kjeldahl), amely esetben:

- a roncsoláshoz használt reagensek mennyiségét (6.1.) ( $H_2SO_4$ ,  $CuSO_4 \cdot 5 H_2O$ ,  $K_2SO_4$ ), megfelelő arányban csökkentjük (1/5),
- a teljes roncsolási időtartamot (6.2.) 75 percre rövidítjük,
- a nátrium-hidroxid-oldat mennyiségét (6.3.) ugyanolyan arányban csökkentjük (1:5),
- kisebb koncentrációjú savmérőoldatot (4.7.) (0,02–0,03 mol/l) alkalmazunk.

Megjegyzés:

Ezen választható eljárások közül egy vagy több alkalmazása akkor van megengedve, ha a leírásban meghatározott ismételhetségi követelmények (8.2.1.), valamint a két ellenőrző vizsgálatra vonatkozó pontosság teljesülnek.

## V. A FEHÉRJETARTALOM MEGHATÁROZÁSA

### 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a hőkezelt tej fehérjetartalom-meghatározásának a referenciamódszere.

### 2. Fogalommeghatározás

Fehérjetartalom: a IV. fejezetben leírt eljárással meghatározott és tömegszázalékban kifejezett nitrogéntartalomból megfelelő faktorral megszorozva kapott érték (3. pont).

### 3. Az eredmények kiszámítása

A tej fehérjetartalma tömegszázalékban kifejezve egyenlő 6,38 x a tej összes N-tartalma %-ban.

## VI. A SŰRŰSÉG MEGHATÁROZÁSA

## 1. Tárgy és alkalmazási terület

A leírt eljárás a nyers tej, a hőkezelt teljes tej, zsírszegény (részben fölözött) és a sovány (fölözött) tej 20 °C-on végzett sűrűségmeghatározásának módszere.

## 2. Fogalommeghatározás

A tej sűrűsége (relatív sűrűsége) meghatározott térfogatú 20 °C-os tej tömegének és a vele azonos térfogatú, 20 °C hőmérsékletű víz tömegének a hányadosa.

## 3. A módszer elve

A tej sűrűségét 20 °C hőmérsékleten sűrűségmérővel határozzuk meg.

## 4. Eszközök

A szokásos laboratóriumi eszközök, valamint a következők:

## 4.1. Sűrűségmérő

A sűrűségmérő olyan üveg úszótest, amely alsó végén széles és nehéz. A felső végéhez közös tengelyű üvegcső csatlakozik, amelynek felső vége zárt.

Az üveg úszótestben van a sűrűségmérő tömegének beszabályozásához szükséges nehezék (ólom, higany stb.).

Az üvegcsőben osztott skála van, 1,025–1,035 g/ml beosztással.

A sűrűségmérőt piknométeres módszerrel kell ellenőrizni. A piknométer kb. 100 ml űrtartalmú és precíziós hőmérővel van ellátva.

## 4.2. Hengerek (üveg vagy rozsdamentes acél).

Minimális méretek:

- belső átmérő kb. 35 mm
- belső magasság kb. 225 mm

## 4.3. Vízfürdő, 20 ± 0,1 °C-ra beállítható.

## 4.4. Vízfürdő, 40 ± 2 °C-ra beállítható.

## 4.5. Hőmérő, 0,5 °C beosztással.

## 5. Vizsgálati eljárás

## 5.1. A zsír eloszlataása céljából, keverjük meg a mintát a mintatartó edény átforgatásával és tegyük vízfürdőbe (4.4.).

Hagyjuk, hogy a minta felmelegedjen 40 °C hőmérsékletre és tartsuk ezen a hőmérsékleten öt percen át. A mintatartó edény óvatos átforgatásával alaposan keverjük össze a mintát, biztosítva a zsír egyenletes eloszlását. Ezt követően hűtsük le 20 °C-ra a másik vízfürdőben (4.3.).

## 5.2. Ismét keverjük össze alaposan a mintát a mintatartó edény óvatos átforgatásával, habzás nélkül. Öntsük a tejet a hengerbe (4.2.), amelyet megdöntve tartsunk, hogy elkerüljük a hab- és buborékképződést. Annyi tejmintát használjunk, hogy az kicsorduljon a hengerből, amikor a sűrűségmérőt behelyezzük (4.1.). Óvatosan engedjük a sűrűségmérőt a tejbe és hagyjuk abban szabadon úszni, amíg eléri egyensúlyi helyzetét. A henger függőleges helyzetben álljon. A sűrűségmérőnek a folyadékoszlop közepén kell elhelyezkednie, nem szabad, hogy hozzáérjen az oldalfalhoz.

## 5.3. Amikor a sűrűségmérő elérte egyensúlyi helyzetét olvassuk le a felső meniszkusznál a sűrűségértéket.

## 5.4. Közvetlenül a sűrűségmérő leolvasása után helyezzük a hőmérőt (4.5.) a mintába és olvassuk le a hőmérsékletet 0,5 °C pontossággal. A hőmérséklet legfeljebb ± 2 °C-kal térhet el a 20 °C-tól.

## 6. Hőmérséklet-korrekción

## 6.1. Ha a sűrűségméréskor a tejmintá hőmérséklete nem pontosan 20 °C, akkor a kapott eredményt korigálni kell úgy, hogy 20 °C felett hozzáadunk a mért sűrűséghez fokenként 0,0002-t, 20 °C alatt pedig levonunk fokenként 0,0002-t. Ez a korrekció csak akkor érvényes, ha a tejmintá hőmérséklete legfeljebb 5 °C-kal tér el a 20 °C-tól.

## 7. Az eredmények megadása

A minta 20 °C-on mért sűrűségét, sovány (fözlött) teje átszámítva, g/ml-ben, a következő képlettel számítjuk ki:

$$\frac{1000 \cdot mv - MG \cdot mv}{1000 - \frac{MG \cdot mv}{0,92}} = \frac{0,92 \cdot mv \cdot (1000 - MG)}{920 - MG \cdot mv}$$

ahol

mv a minta sűrűsége a sűrűségmérőn leolvasva (5.4.), g/ml;

MG a minta zsírtartalma, g/ml;

0,92 a zsír sűrűsége.

## 8. Pontosság

8.1. Ismételtetőség (r): 0,0003 g/ml.

8.2. Összehasonlíthatóság (R): 0,0015 g/ml.

**D rész****Alternatív eljárás szifonnal vagy mosópalackfeltéttel ellátott zsírextraháló csövek alkalmazása esetén a C rész II. fejezetében leírt módszerhez**

## A.1. Eljárás

## A.1.1. A vizsgálati minta előkészítése

A 6.1. pont szerint.

## A.1.2. Bemérés

A 6.2. pontban megadottak szerint kell eljárni, de zsírextraháló csövet használva (5.6.). A bemért minta egész mennyiségét lehetőleg a cső aljába kell juttatni.

## A.1.3. Vakpróba

A 6.3. pont szerint.

## A.1.4. A zsírgyűjtő edény előkészítése

A 6.4. pont szerint.

## A.1.5. Meghatározás

- A.1.5.1. Adjunk 2 ml ammóniaoldatot (4.1.) vagy ennek megfelelő mennyiségű töményebb ammóniaoldatot a cső alján lévő vizsgálati anyaghoz, és alaposan keverjük össze. Az ammónia hozzáadása után azonnal végezzük el a meghatározást.
- A.1.5.2. Mérjük a csőbe 10 ml etil-alkoholt (4.2.) és a cső alsó végének rázogatóásával óvatosan, de alaposan keverjük össze a mintával. Szükség esetén adjunk hozzá két csepp kongó- vagy krezolvörösindikátor-oldatot.
- A.1.5.3. Adjunk hozzá 25 ml dietil-étert (4.4.), zárjuk le a csövet vízzel telített parafa dugóval vagy vízzel nedvesített dugóval (5.6.) és ismételt átforgatás mellett rázzuk a csövet egy percig erőteljesen, de csak annyira, hogy elkerüljük a tartós emulzió kialakulását. Ha szükséges, hűtsük le a csövet folyó vízzel, majd óvatosan vegyük ki a dugót és a mosópalackból (5.8.) kevés oldószerkeleggyel (4.6.) öblítsük a dugót és a cső nyakát úgy, hogy az a csőbe folyjon.
- A.1.5.4. Mérjük be 25 ml petrolétert (4.5.), zárjuk le a csövet újranedvesített dugóval (újranedvesítés vízbe mártással) és rázzuk a csövet 30 másodpercig az A.1.5.3. pontban leírtak szerint.
- A.1.5.5. Centrifugáljuk a lezárt csövet 1–5 percig percenként 500–600 fordulatszámmal (5.2.). Centrifuga hiányában (lásd az 5.2. pont megjegyzését), hagyjuk a zárt csövet állni az állványon (5.7.) legalább 30 percig, amíg a felül keletkező réteg tökéletesen ki nem tisztul és élesen el nem válik a vizes rétegtől. Ha szükséges hűtsük le a csövet folyó vízzel.
- A.1.5.6. Óvatosan vegyük ki a dugót, és egy kevés oldószerkeleggyel öblítsük le a dugót és a cső nyakát úgy, hogy az a csőbe folyjon.
- A.1.5.7. Helyezzünk szifont vagy mosópalackfeltétet a csőbe és a hosszú csövet toljuk le addig, hogy a vége kb. 3 mm-re legyen a réteghatár felett. A szifon vagy a feltét hosszú csőve párhuzamos legyen az extrahálócső tengelyével. Gondosan vigyük át a felső réteget az extrahálócsőből az előkészített zsírgyűjtő edénybe (6.4.), amelybe lombik használata esetén néhány forrást elősegítő anyagot (5.10.) teszünk (fémcsészék esetén tetszőlegesen) vigyázva arra, hogy a vizes rétegből semmi ne kerüljön át. Öblítsük le a szívócső külső végét kevés oldószerkeleggyel, úgy, hogy az a gyűjtőedénybe jusson.
- A.1.5.8. Lazítsuk meg a feltétet az extrahálócső nyakánál, kissé emeljük meg és öblítsük le a hosszú cső alsó részét belül egy kevés oldószerkeleggyel. Tegyük vissza a feltétet, és az öblítőszerrel vigyük át a zsírgyűjtő edénybe.

Öblítsük le a feltét kimeneteli részét egy kevés oldószerkeverékkel és gyűjtsük az öblítőfolyadékot az edénybe. Szükség esetén az oldószert teljesen vagy részben el lehet távolítani az edényből desztillációval vagy elpárologtatással a 6.5.12. pont szerint.

A.1.5.9. Ismét lazítsuk meg a feltétet, emeljük meg kissé és mérjünk 5 ml etil-alkoholt a csőbe; az etil-alkoholt használjuk fel a feltét belső részének leöblítésére; a keverést az A.1.5.2. pontban leírtak szerint végezzük.

A.1.5.10.

Végezzünk második extrakciót az A.1.5.3–A.1.5.8. pontokban leírtak szerint, de csak 15 ml dietil-étert (4.4.) és 15 ml petrolétert használjunk (4.5.). A feltét hosszú csövének belső végét öblítsük le dietil-éterrel, amikor az extrahálás után a feltétet eltávolítjuk az extrahálócsőből.

A.1.5.11.

Végezzünk harmadik extrakciót az A.1.5.3–A.1.5.8. pontokban leírtak szerint 15 ml dietil-étert és 15 ml petrolétert használva.

A feltétet az A.1.5.10. pontban leírtak szerint öblítsük le.

Sovány (fözlözött) tej esetében a harmadik extrakció elhagyható.

A.1.5.12.

A további műveleteket a 6.5.12–6.5.16. pontokban leírtak szerint végezzük el.”

## 9. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

Az R. 6 mellékletének 2. pontja az E 959 Neoheszperidin-dihidro-kalkonra vonatkozó rendelkezést követően a következő rendelkezéssel egészül ki:

„E 961 NEOTÁM	
Szinonimák	N-[N-(3,3-dimetilbutil)-L- $\alpha$ -aszpartil]-L-fenil-alanin 1-metil-észter, N(N-3,3-dimetilbutil)-L-aszpartil-L-fenil-alanin metil-észter.
Meghatározás	A neotámot hidrogénnyomás alatt, az aszpartám és a 3,3,-dimetilbutiraldehid reakciójával állítják elő metanolban, palládium- vagy szénkatalizátor jelenlétében. Leválasztják és szűrés útján megtisztítják, mely során kovaföld használható. A desztillációval történő oldószermentesítés után a neotámot vízzel mossák, centrifugálással leválasztják, végül vákuumban megszárítják.
CAS-szám:	165450-17-9
Kémiai név	N-[N-(3,3-dimetilbutil)-L- $\alpha$ -aszpartil]-L-fenil-alanin 1-metil észter
Összegképlet	C <sub>20</sub> H <sub>30</sub> N <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
Molekulatömeg	378.47
Leírás	fehér-törféher por
Tartalom	Legfeljebb 97,0%, szárazanyagra vonatkoztatva
Azonosítás	
Oldhatóság	4,75 m/m % os (tömegszázalék) oldhatóság 60 °C on vízben, oldható etanolban és etil-acetátban
Tisztaság	
Víztartalom	Legfeljebb 5% (Karl Fischer-módszer, 25±5 mg mintanagyság)
pH	5,0 – 7,0 (0,5% os vizes oldat)
Olvadáspont-tartomány	81 °C és 84 °C között
N-[(3,3-dimetilbutil)-L- $\alpha$ -aszpartil]-L-fenilalanin	Legfeljebb 1,5%
Ólom	Legfeljebb 1 mg/kg”

## 10. melléklet a 26/2011. (IV. 7.) VM rendelethez

- Az R. 29. melléklete C RÉSZ I. fejezet 4. oszlopa 13480. EGK számú sorának a „SKH= 3 mg/kg(28)” szövegrésze helyébe a „SKH(E) = 0,6 mg/kg<sup>(28)</sup>. Csecsemőknek(\*) szánt polikarbonát cumisüveg gyártására nem használható” szövegrész lép.
- Az R. 29. melléklete C RÉSZ I. fejezete a következő lábjegyzettel egészül ki:  
„(\*) a „csecsemő”: a tizenkét hónaposnál fiatalabb kisgyermek.”